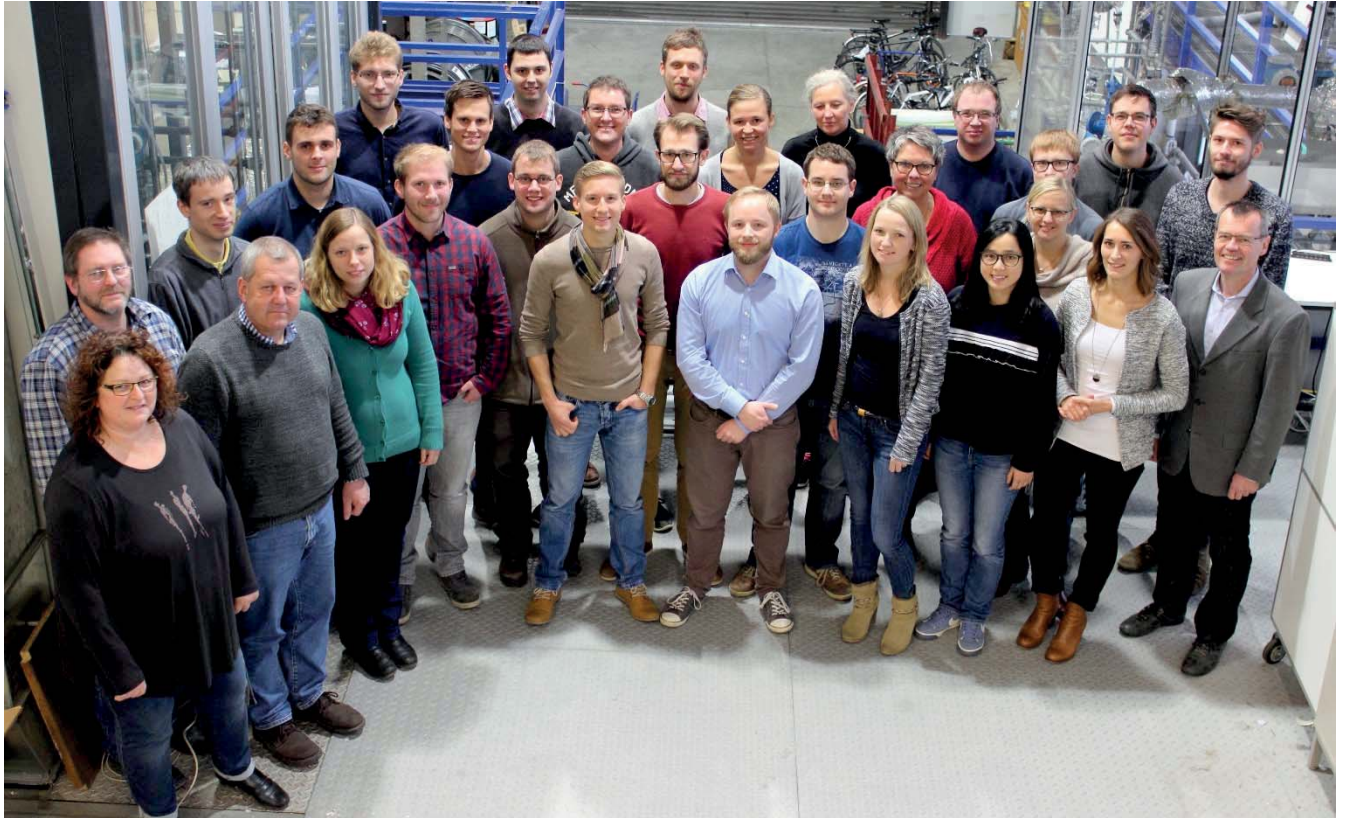


Institut für Chemische und Thermische Verfahrenstechnik

Institutsbericht 2015 – 2016



Mitarbeiter des Instituts im November 2016





Inhaltsverzeichnis	Seite
1 Vorbemerkung	1
2 Mitarbeiter	4
3 Lehre und Weiterbildung	8
3.1 Vorlesungen	8
3.2 Gemeinsame Vorlesungen der EVT-Institute	15
3.3 Verfahrenstechnisches Praktikum	16
3.4 Studienarbeiten	16
3.5 Bachelorarbeiten	19
3.6 Masterarbeiten	20
3.7 Forschungspraktika /Projektarbeiten	23
3.8 Promotionen	25
3.9 Kolloquium für Energie- und Verfahrenstechnik	25
3.10 Hochschulkurse	25
4 Aktuelle Forschung	27
4.1 Fouling und Reinigung	27
4.1.1 Lokale Bestimmungen von Foulingvorgängen als Grundlage zur Beschreibung des integralen Verhaltens	27
4.1.2 Foulingverhalten zwitterionischer DLC-Oberflächen	29
4.1.3 Beeinflussung des Polymerisationsfoulings durch modifizierte Oberflächen	32
4.1.4 Wirkmechanismen des Partikelfoulings auf strukturierten wärmeübertragenden Oberflächen	35
4.1.5 Verringerung von (Bio-)Fouling auf Membranen	38
4.1.6 Abreinigung von Biofouling	42
4.1.7 Optimierung von Reinigungsprozessen mittels dimensionsloser prozessbeschreibender Kennzahlen	44
4.1.8 Effektive Reinigung von Wärmeübertragern mittels Complex®-Impulsverfahren	47
4.2 Innovative Apparate und Anlagenkonzepte	49
4.2.1 Dünnschichtverdampfung	49
4.2.2 Eindampfung wässriger Lösungen durch Naturumlauferdampfer mit mechanischer Brüdenverdichtung	51
4.2.3 Faseroptische Temperaturmessung in Verdampfern und Kondensatoren	54
4.2.4 Tropfenentstehung und –reduzierung in Stoffaustauschapparaten - TERESA	56
4.3 Nachhaltige Produktionstechnologien	58
4.3.1 Adsorption von Elektrolytkomponenten beim Recycling von Li-Ionen-Batterien	58
4.3.2 Rückgewinnung von Elektrolytkomponenten beim Recycling von Li-Ionen-Batterien mittels Extraktion	60



4.3.3	Kontinuierliche Herstellung von hochfeststoffhaltiger Wandfarbe unter Einsatz von Mikrokomponenten	63
4.3.4	Kontinuierliche Aufreinigung von Aminosäuren mittels Chromatographie	66
4.3.5	Adsorptive Entfärbung Ionischer Flüssigkeiten für den Einsatz als Reaktionsmedium bei der Herstellung von Celluloseacetatfasern	70
4.3.6	Integration ökologischer Aspekte für ein nachhaltiges Prozessdesign in der spezialchemischen Produktion	73
4.3.7	Wärmeintegration im Produktionsprozess – Energierückgewinnung an Drehrohröfen im Rahmen einer Ressourceneffizienzanalyse	77
4.3.8	Skalierbare Milli- und Mikroproduktionstechnik zur energieeffizienten, kontinuierlichen Fertigung in der Prozessindustrie – Mi ² Pro	80
4.4	Pharmazeutische und biotechnologische Prozesse	82
4.4.1	Trienzymatisch katalysierte Synthesen	82
4.4.2	Prozessieren von schwer wasserlöslichen Substanzen: DYRK1A-Inhibitoren	86
4.4.3	Prozessieren von schwer wasserlöslichen Substanzen: M-NHC-Komplexe	90
4.4.4	Synthese und Aufreinigung pharmazeutischer Wirkstoffe am Beispiel TBID (SynFoBiA)	94
4.4.5	Extraktion pharmazeutischer Wirkstoffe aus Pflanzen und Wurzeln (SynFoBiA)	96
4.4.6	ElektroBak – Innovative Materialien und Konzepte für mikrobielle elektrochemische Systeme	99
4.4.7	Dynamische Methoden zur schnellen Bestimmung von Adsorptionsgleichgewichten	101
4.5	Studentische Gruppen	103
4.5.1	Bierbrau-AG „Carl-Wilhelms-Bräu“	103
4.5.2	ChemCar-AG	105
5	Dissertationen	106
5.1	Kontinuierliche Kristallisation von Lipidnanopartikeln in mikrostrukturieren Apparaten	106
5.2	Entwässerung Ionischer Flüssigkeiten mittels Fallfilmverdampfung	114
5.3	Einfluss erhöhter Viskosität auf die Trennleistung von strukturieren Packungen in der Rektifikation	121
6	Veröffentlichungen und Vorträge	129
6.1	Veröffentlichungen	129
6.2	Vorträge	133
7	Forschungsaufenthalte im Ausland und Gastwissenschaftler	136
7.1	Auslandsaufenthalte	136
7.2	Gastwissenschaftler	136
8	Mitarbeit in Gremien	136



1 Vorbemerkung

Ich freue mich, Ihnen den Institutsbericht des Institutes für Chemische und Thermische Verfahrenstechnik der Technischen Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig für die Jahre 2015 und 2016 vorlegen zu können. Er soll Ihnen einen Überblick über unsere Aktivitäten in Forschung und Lehre geben und mögliche Anknüpfungspunkte für gemeinsame Aktivitäten aufzeigen.

Die vor drei Jahren eingeführte Struktur unserer Forschung in die Arbeitsgebiete

- Innovative Apparate und Anlagenkonzepte,
- Nachhaltige Produktionsverfahren,
- Fouling und Reinigung sowie
- Biotechnologische und pharmazeutische Verfahren

hat sich bewährt.

Im Arbeitsgebiet *Innovative Apparate und Anlagenkonzepte* haben wir zusammen mit vier akademischen und acht industriellen Partnern das Verbundforschungsprojekt „Tropfenentstehung und -rückhaltung in Stoffaustauschapparaten TERESA“ über den Projektträger Jülich beim BMWI eingeworben. In dem Projekt soll die Tropfenentstehung am Eintritt in eine Kolonne, im Sumpf nach dem Verdampfer sowie im Kolonnenkopf untersucht werden, um auf Basis eines vertieften Verständnisses der ablaufenden Vorgänge Maßnahmen zur Vermeidung oder Verminderung treffen zu können. Am ICTV wird dazu die Tropfenentstehung bei der Zwangsumlauf-Entspannungsverdampfung untersucht sowie apparative Maßnahmen für eine Tropfenabscheidung ökonomisch und ökologisch bewertet. Daneben haben wir unsere apparative Palette um einen Dünnschichtverdampfer erweitert. An dem Metallapparat mit 0,06 m² Wärmeübertragungsfläche wollen wir die Skalierbarkeit bezüglich Wärmeübertragungsleistung und Fluidodynamik untersuchen. Und in einem von der DBU geförderten Stipendienprojekt befassen wir uns mit dem Einsatz einer mechanischen Brückenkompression bei Naturumlaufverdampfern. In früheren Arbeiten konnte gezeigt werden, dass diese durchaus bei Absolutdrücken von 100 bis 200 mbar und treibenden Temperaturdifferenzen von $\Delta T = 5 - 8\text{K}$ stabil betrieben werden können. Dies eröffnet das Potential eines Einsatzes der MBV auch für diesen besonders kostengünstigen Verdampfertyp. Nicht zuletzt betrachten wir die Kondensation und speziell den Einfluss von Inertgasen bei der Kondensation in vertikalen Rohren. Und schließlich können wir uns über die Genehmigung der DFG für die Fortführung unseres Kooperationsprojektes mit der Universität Paderborn zur Rektifikation viskoser Gemisch freuen.

Im Arbeitsgebiet *Nachhaltige Produktionsverfahren* werden wir die Arbeiten zur Umstellung von absatzweiser Produktion auf kontinuierliche Verfahren für verschiedene Anwendungen weiterführen können. Gefördert durch die Deutsche Bundesstiftung Umwelt untersuchen wir zusammen mit der AURO Pflanzenchemie AG, Braunschweig, die kontinuierliche Fertigung hoch feststoffhaltiger Wandfarbe. Das Thema „Batch-to-Konti-Umstellung“ hat sich in diesem Arbeitsgebiet als eine



generische Problemstellung etabliert, die wir in praktisch allen Projekten angehen. Hier zeigt sich verstärkt die Notwendigkeit einer kontinuierlichen Erfassung und Überwachung des aktuellen Prozesszustandes durch analytische Online- und Inlinemethoden als Basis einer qualitätssichernden Prozessführung.

Im Arbeitsgebiet *Fouling und Reinigung* hat sich die Methode des Fluid Dynamic Gauging zur Charakterisierung des Ad- und Kohäsionsverhaltens bevorzugt weicher Foulingsschichten fest etabliert. Wir wenden diese u. A. an in dem Verbundprojekt POMACEA an. In diesem untersuchen wir zusammen mit lettischen, portugiesischen und indischen Projektpartnern die Möglichkeit einer dezentralen Bereitstellung von Trinkwasser mittels Membranverfahren. Zusammen mit dem Lehrstuhl für Modellierung und Simulation der Universität Rostock erforschen wir das Partikelfouling auf Dellenoberflächen. Diese haben sich als besonders effiziente Möglichkeit zur Steigerung der Wärmeübertragungsleistung erwiesen und sollen nun bezüglich ihrer Foulinganfälligkeit betrachtet werden. Fortgesetzt werden auch die Arbeiten zum Polymerisationsfouling, zur Bestimmung reinigungsrelevanter dimensionsloser Kenngrößen sowie zur Ermittlung lokaler Foulingwiderstände.

Im Arbeitsgebiet *Biotechnologische und pharmazeutische Verfahren* werden in den beiden Programmen SynFoBiA und μ Props weiterhin kontinuierliche Verfahren zur Herstellung synthetischer schwerlöslicher pharmazeutischer Wirkstoffe untersucht. Dies erfolgt in Kooperation mit dem Institut für Medizinische und Pharmazeutische Chemie der TU Braunschweig. Das Gesetz zur Niedersächsischen Technischen Hochschule wurde zwar zum 31.12.2015 außer Kraft gesetzt, als eine ihrer letzten Initiativen wurde zum 01.01.2016 jedoch noch die NTH-Forschungsgruppe zur Erforschung der Stoff- und Energiewandlung in bioelektrisch aktiven Biofilmen gestartet. Wir untersuchen darin eine Fließzelle als Biofilmreaktor. Weiterhin in Kooperation mit dem Institut für Thermische Chemie erforschen wir trienzymatische Synthesen am Beispiel der Synthese von Laminaribiose.

Die Forschungsarbeiten auf dem Gebiet der Pharmaverfahrenstechnik werden bald in den Neubau des Institutes für Pharmaverfahrenstechnik PVZ umziehen können. Der Innenausbau ist in den letzten Zügen und die Inbetriebnahme wird sukzessive ab Anfang 2017 beginnen. Das ICTV wird ab Februar Büros, Labore und ein Technikum beziehen. Mit derzeit über 20 Doktorandinnen und Doktoranden sind wir froh über die zusätzlichen Arbeitsplätze in unmittelbarer Nähe zum Institutsgebäude. Zur weiteren Stärkung der Forschungs- und Lehraktivitäten im PVZ laufen derzeit drei Berufungsverfahren für Juniorprofessuren mit den Denominationen „Mikro- und Nano-Sensoren für die Lebenswissenschaften“, „Partikeltechnische Prozess- und Formulierungssimulation“ sowie „Pharmazeutisch-chemische Reaktionstechnik“. Letztere wird am ICTV angesiedelt sein und unsere Kooperation mit der Pharmazie weiter intensivieren. Gegenüber von PVZ und ICTV ist außerdem der Rohbau eines weiteren Carolo-Wilhelmina-Forschungszentrums fast fertiggestellt: das „Laboratory for Emerging Nanometrology LENA“. In diesem sollen in Kooperation mit der PTB messtechnische und analytische Methoden der Zukunft erforscht und entwickelt werden.

Im Bereich Studium und Lehre haben sich die vor drei Jahren eingeführten Studiengänge Bachelor *Bio-, Chemie- und Pharmaingenieurwesen*, Master *Bio- und Chemieingenieurwesen* sowie Master *Pharmaingenieurwesen* sehr gut etabliert. Zum Wintersemester 2016/2017 wurde der auf 25 Studienplätzen zulassungsbeschränkte Master *Pharmaingenieurwesen* erstmalig mit 31 Studierenden überbucht; ein Beleg dafür, dass dieses an einer Universität in Deutschland einmalige Studienangebot sehr gut nachgefragt wird. Vor wenigen Wochen haben die ersten beiden Absolventen ihren Master erfolgreich abgeschlossen. Die TU insgesamt hat derzeit 19.500 Studierende, das dritte Allzeithoch in Folge. Wir haben inzwischen gelernt, damit umzugehen, wenn auch die Hörsaal-, Labor- und sonstigen Kapazitäten merklich an ihrer Lastgrenze angekommen sind.

So darf ich Sie nun zur Lektüre unseres aktuellen Institutsberichts einladen. Ich würde mich freuen, wenn Sie darin interessante und interessierende Themen finden würden und nehme Ihre Rückmeldung, Anregung und Kommentare gern entgegen.

Allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern, allen Studierenden, die als studentische Hilfskräfte oder im Rahmen ihrer studentischen Arbeit an unseren Aktivitäten mitwirken, sowie allen akademischen und industriellen Partner danke ich herzlich für ihre Mitwirkung und Engagement in den zurückliegenden Jahren.

Braunschweig, im November 2016





2 Mitarbeiter

Geschäftsführender Leiter:	Prof. Dr.-Ing. Stephan Scholl		
Sekretariat:		<i>Bis</i>	Ab
	Marion Harms		
	Vivien Buckiewicz	<i>31.10.2015</i>	
	Anike Altschwager		01.03.2016
Akademischer Direktor:	Dr.-Ing. Wolfgang Augustin		
Emeritus	Prof. Dr.-Ing. Matthias Bohnet		
Wissenschaftliche MitarbeiterInnen:		<i>Bis</i>	Ab
	Dipl.-Ing. Christian Bradtmöller	<i>31.05.2016</i>	
	Hannes Deponte M.Sc.		01.01.2016
	Dr.-Ing. Manely Eslahpazir	<i>31.10.2015</i>	
	Dipl.-Ing. (FH) Henning Föste	<i>31.07.2015</i>	
	Dipl.-Ing. Robert Goedecke	<i>30.06.2016</i>	
	Dipl.-Ing. Nathalie Gottschalk		
	Alina Greis M.Sc.		01.01.2016
	Janina Grimm M.Sc.		
	Sven Gutperl M.Sc.		01.11.2016
	Dipl.-Ing. Paul Haas		
	Dave Hartig M.Sc.		01.01.2015
	Dipl.-Ing. Steffi Höft		
	Annika Hohlen M.Sc.		01.01.2016
	Stefan Jahnke M.Sc.		01.10.2016
	Yan Lu M.Sc.		01.02.2016
	Dipl.-Ing. Marius Meise		01.06.2015
	Dipl.-Ing. Marcus Möbius		
	Dipl.-Ing. André Paschetag		
	Moritz Rehbein M.Sc.		01.01.2015
	Tobias Sauk M.Sc.		01.01.2015
	Dipl.-Ing. Florian Schlüter		

	Dipl.-Ing. Martin Schoenitz	31.07.2015	
	Lukas Schnöing M.Sc.		01.06.2016
	Dipl.-Ing. Karl Siebeneck	31.01.2016	
	Christoph Spiegel M.Sc.		01.11.2016
	Dipl.-Ing. Friederike Stehmann		
	Dipl.-Ing. Nils Warmeling		01.01.2014
	Dipl.-Ing. Matthias Wengerter		
	Mandy Wesche M.Sc.		
Labor:	Sabine Knoblauch		
	Anke Radeleff		
	Simone Schulze		
Elektronikwerkstatt:	Jörg Leppelt		
Technikum:	Karl Karrenführer		
	Sven Lorenzen		
Auszubildende/r:	Nils Bergmann (tech)		
	Lukas Marx (tech)		01.09.2015
	Burcu Yildirim		01.08.2015
Studentische Hilfskräfte	63		

Neue wissenschaftliche MitarbeiterInnen

Hannes Deponte

<i>Studium</i>	<i>FH Münster,</i>
<i>Studiengang</i>	<i>Chemical Engineering - Master</i>
<i>Masterarbeit</i>	<i>Optimierung eines Trocknungsprozesses unter Berücksichtigung der Abluftbehandlung</i>
<i>ICTV-Arbeitsgruppe/n</i>	<i>Fouling und Reinigung</i>



Alina Greis

Studium TU Braunschweig,
Studiengang Maschinenbau - Master
Masterarbeit Ökobilanzielle Betrachtung der Wolfram-
Recyclingkette zur Ermittlung von
Ressourcen- und CO₂-Einsparpotenzialen
ICTV-Arbeitsgruppe/ n Innovative Apparate und Anlagenkonzepte



Sven Gutperl

Studium TU Clausthal
Studiengang Verfahrenstechnik/ Chemieingenieurwesen
- Master
Masterarbeit Fluiddynamische Charakterisierung einer
Packungskolonie auf Basis von
Verweilzeitmessungen
ICTV-Arbeitsgruppe/ n Innovative Apparate und Anlagenkonzepte



Dave Hartig

Studium TU Braunschweig
Studiengang Bioingenieurwesen - Master
Masterarbeit Aufbau und Validierung einer Messmethode
für dynamische Adsorptionsmessungen
ICTV-Arbeitsgruppe/ n Pharmazeutische und biotechnologische Prozesse



Annika Hohlen

Studium TU Braunschweig,
Studiengang Bio- und Chemieingenieurwesen - Master
Masterarbeit Experimentelle Untersuchung von
Einflussfaktoren auf Eiskristallstrukturen
ICTV-Arbeitsgruppe/ n Fouling und Reinigung



Stefan Jahnke

Studium

TU Braunschweig,

Studiengang

Maschinenbau - Master

Masterarbeit

*Inbetriebnahme eines Dünnschichtverdampfers:
Erstellung der Anlagensteuerung und Untersuchungen zur Verdampferleistung*

ICTV-Arbeitsgruppe/ n

*Innovative Apparate und Anlagenkonzepte
Nachhaltige Produktionsverfahren*



Yan Lu

Studium

TU Braunschweig,

Studiengang

Maschinenbau - Master

Masterarbeit

*Oberflächenkonditionierung von DLC
Beschichtungen zur Minderung des
Foulingverhaltens in Wärmeübertragern*

ICTV-Arbeitsgruppe/ n

Innovative Apparate und Anlagenkonzepte



Marius Meise

Studium

TU Braunschweig,

Studiengang

Bioingenieurwesen - Diplom

Diplomarbeit

*Skalierbare Synthese eines schwerlöslichen
pharmazeutischen Wirkstoffes*

ICTV-Arbeitsgruppe/ n

Pharmazeutische und biotechnologische Prozesse



Moritz Rehbein

Studium

TU Braunschweig,

Studiengang

Maschinenbau - Master

Masterarbeit

*Quantitative investigation of capillary separation
of liquid-liquid slug flow in micro-reactors*

ICTV-Arbeitsgruppe/ n

Pharmazeutische und biotechnologische Prozesse



Tobias Sauk

<i>Studium</i>	<i>TU Braunschweig,</i>
<i>Studiengang</i>	<i>Maschinenbau - Master</i>
<i>Masterarbeit</i>	<i>Automatisierung der kontinuierlichen Kristallisation von Lipidnanopartikeln in einem Mikrowärmeübertrager und Untersuchungen bzgl. des Einflusses von internal Numbering-Up auf Fouling und Reinigung</i>
<i>ICTV-Arbeitsgruppe/ n</i>	<i>Pharmazeutische und biotechnologische Prozesse</i>



Lukas Schnöing

<i>Studium</i>	<i>TU Braunschweig,</i>
<i>Studiengang</i>	<i>Bio- und Chemieingenieurwesen - Master</i>
<i>Masterarbeit</i>	<i>Entwicklung eines Ansatzes zur Korrelation integraler und lokaler Foulingwiderstände basierend auf Experimenten</i>
<i>ICTV-Arbeitsgruppe/ n</i>	<i>Fouling und Reinigung</i>



Christoph Spiegel

<i>Studium</i>	<i>TU Braunschweig</i>
<i>Studiengang</i>	<i>Maschinenbau - Master</i>
<i>Masterarbeit</i>	<i>Erweiterung eines Zustandsreglers für die Dampftemperaturregelung von Dampferzeugern</i>
<i>ICTV-Arbeitsgruppe/ n</i>	<i>Fouling und Reinigung</i>



3 Lehre und Weiterbildung

3.1 Vorlesungen

Prof. Dr.-Ing. Stephan Scholl

Grundoperationen der Fluidverfahrenstechnik	(WS, VL 02, UE 01)
Hybride Trennverfahren	(SS, VL 02, UE 01)
Chemische Verfahrenstechnik	(SS, VL 02, UE 01)
Computer Aided Process Engineering I (Introduction)	(SS, VL 02, UE 01)



Gestaltung nachhaltiger Prozesse der Energie- und Verfahrenstechnik	(SS, VL 02, UE 01)
Grundlagen der Thermischen Verfahrenstechnik (für Biotechnologen und Pharmaingenieure)	(WS, VL 02, UE 01)
Thermische Verfahrenstechnik für Fortgeschrittene (für Biotechnologen und Pharmaingenieure)	(SS, VL 02, UE 01)
<i><u>Prof. Dr.-Ing. Stephan Scholl, Dr.-Ing. Wolfgang Augustin</u></i>	
Computer Aided Process Engineering II (Design verfahrenstechnischer Anlagen)	(WS, VL 02, UE 01)
Einführung in die Mehrphasenströmung	(SS, VL 02, UE 01)
<i><u>Prof. Dr.-Ing. Uwe Klausmeyer, PTB</u></i>	
Prozess- und Anlagensicherheit	(SS, VL 01)
<i><u>Dr. rer. nat. Olaf Klein, VW (bis 2015)</u></i>	
Elektrochemische Verfahrenstechnik und Brennstoffzellen	(SS, VL 02)
<i><u>Dr.-Ing. Jan-Christopher Kuschnerow</u></i>	
Ionische Flüssigkeiten: innovative Prozessfluide in der Verfahrenstechnik	(SS, VL 02)
<i><u>Prof. Dr.-Ing. habil. Peter Ulbig, PTB</u></i>	
Messtechnik in der Energie- und Verfahrenstechnik	(WS, VL 01)



Inhalte der Vorlesungen

Grundoperationen der Fluidverfahrenstechnik, Hybride Trennverfahren

In den Vorlesungen Grundoperationen der Fluidverfahrenstechnik und Hybride Trennverfahren werden die verschiedenen Grundoperationen der thermischen Stofftrennung mit ihren theoretischen Grundlagen, apparativen Umsetzungen und verfahrenstechnischen Anwendungen vorgestellt. Charakteristisch für diese Trennverfahren ist die Anwesenheit von mindestens zwei Phasen, die nicht im Gleichgewicht stehen bzw. bei denen die Einstellung des Gleichgewichtes permanent gestört wird. Es werden dadurch Austauschvorgänge für Impuls, Wärme und Stoffe ausgelöst, die zu einer Stofftrennung führen.

Die Vorlesung **Grundoperationen der Fluidverfahrenstechnik** umfasst die Kapitel:

- Stoffdaten von Reinstoffen und Gemischen
- Phasengleichgewichte: Dampf-flüssig, flüssig-flüssig, flüssig-fest
- Verdampfung und Kondensation: Wärmeübergang, Betriebsverhalten, Fouling
- Kristallisation: Eindampfung von Lösungen, Mehrstufenverdampfung, Wärmeintegration
- Rektifikation: Verstärkungs- und Abtriebssäule, minimales Rücklaufverhältnis, McCabe-Thiele-Diagramm, h-x-Diagramm
- Absorption: Ab- und Desorption, minimale Waschmittelmenge, Kreislauffahrweise, Stoffübergang, HTU-NTU-Konzept

In der Vorlesung **Hybride Trennverfahren** werden behandelt:

- Extraktion: Flüssig-flüssig- und Fest-flüssig-Extraktion, Polstrahlverfahren, Mixer-Settler, Extraktionskolonne
- Adsorption und Chromatographie: Gleichgewicht und Kinetik, Durchbruchverhalten, Einzelkorn, Festbett, Adsorbentien, Simulated Moving Bed, Transport in porösen Feststoffen
- Trocknung: 1. und 2. Trocknungsabschnitt, Wärme- und Stoffübergang bei der Trocknung, Trocknungsverfahren
- Membranverfahren: Umkehrosmose, Mikrofiltration, Nanofiltration, Pervaporation

Chemische Verfahrenstechnik

In der Vorlesung werden die wesentlichen Aspekte zur Realisierung von Reaktionsschritten in chemischen Produktionsverfahren sowie zur Integration von Reaktion und Stofftrennung vermittelt:

- Grundlagen
 - Gleichgewicht: Physikalisch, chemisch
 - Kinetik: Wärme- und Stoffübergang, Reaktionskinetik



- Reaktionstypen, homogene und heterogene Katalyse
- Stoff- und Energiebilanzierung
- Reaktionsprozesse und Reaktoren
 - Laborreaktoren: Rührzelle, Laminarstrahlkammer, Differenzialkreislaufreaktor
 - Technische Reaktortypen: Einsatzgebiete, Grundlagen der Berechnung
 - Isotherme vs. nicht-isotherme Reaktoren
- Kombination von Reaktion und Stofftrennung
 - Chemisorption, Reaktivrektifikation, Reaktivextraktion

Computer Aided Process Engineering I (Introduction)

Based on the theory for thermal separation processes as presented in *Grundoperationen der Fluidverfahrenstechnik* the typical workflow for process design and optimization is demonstrated. Commercial software products are employed for modelling and simulation of the following tasks:

- Physical properties and phase equilibria: Data retrieval, regression of experimental data, parameter estimation
- Two phase flash: Single stage separation, integral vs. differential operation mode
- Rigorous modeling of a rectification column: Binary mixture, multicomponent mixture, design specifications, sensitivity analysis
- Flow sheet simulation for multistage separation: Feed forward, recycles
- Equipment design: Selection and sizing for distillation columns, heat exchangers, reboilers, condensers
- Costing, process optimization

The lecture is presented in English language at the institute in the Electronic Classroom.

Computer Aided Process Engineering II (Design verfahrenstechnischer Anlagen)

Die Vorlesung vermittelt die Grundlagen der Anlagenplanung und wird durch eine Projektarbeit zum Design eines vollständigen verfahrenstechnischen Prozesses begleitet. Dabei wird eine kommerzielle Software für die Fließbildsimulation verwendet. Hauptthemen der Vorlesung sind:

- Prozessdatenbeschaffung (z.B. physikalische Eigenschaften, Sicherheitsdaten, Kapazitätsdaten)
- Prozessentwicklung anhand von Reaktionsgleichungen
- Wärme- und Massenbilanzen, Fließbildsimulation
- Dimensionslose Kennzahlen für überschlägige Dimensionierung von Apparaten
- Auswahl und genaue Dimensionierung geeigneter Apparate (z.B. Kolonnen, Wärmeübertrager)
- Computer Aided Process Engineering
- Kostenschätzung
- Rechtliche Aspekte (z.B. Umweltauflagen, Genehmigungsverfahren)

Gestaltung nachhaltiger Prozesse der Energie- und Verfahrenstechnik

Vor dem Hintergrund einer ganzheitlichen Nachhaltigkeitsstrategie, die sowohl ökologische, ökonomische als auch soziale Aspekte umfasst, veranschaulicht die Vorlesung, an welcher Stelle eines typischen Produktlebenszyklus Ingenieure einen entscheidenden Einfluss auf die Nachhaltigkeit nehmen können. Die Integration von Nachhaltigkeitsbetrachtungen in den Workflow einer Verfahrensbearbeitung, die dabei auftretenden Anforderungen an eine nachhaltige Prozessentwicklung, die Vorgehensweise bei einer ökologischen Betrachtung sowie Werkzeuge zur Ökobilanzierung werden in der Vorlesung ausführlich behandelt. In einer begleitenden Übung werden Grundkenntnisse im Umgang mit der Stoffstrommodellierungssoftware umberto® sowie neue Methoden zum Erstellen von Stoffstrommodellen und zur ökologischen Bewertung von verfahrenstechnischen Prozessen vermittelt. Wesentliche Vorlesungsinhalte:

- Definition und Bedeutung von Nachhaltigkeit
- Beispiele nachhaltiger Produkte (Übertragbarkeit auf Produktionsprozesse)
- Integration von Nachhaltigkeitsbetrachtungen in den Workflow einer Verfahrensentwicklung
- Vorgehen bei ökologischen Betrachtungen und Bewertungen
- Herausforderungen in der Forschung und Entwicklung
- Werkzeuge der Ökobilanzierung (Software, Datenbanken, Ansätze)
- Stoffstrommodellierung
- Nachhaltiges Prozess- und Anlagendesign

Grundlagen der Thermischen Verfahrenstechnik / Thermische Verfahrenstechnik für Fortgeschrittene (für Biotechnologen und Pharmaingenieure)

Grundlage für die Auslegung von Apparaten in der thermischen Verfahrenstechnik ist die Berechnung des Wärme- und Stoffaustausches zwischen mindestens zwei Phasen unterschiedlicher Zusammensetzung. Die für die Transportvorgänge notwendigen treibenden Kräfte ergeben sich aus dem Ungleichgewicht bezüglich Temperatur und Konzentrationen zwischen den in Kontakt stehenden Phasen. Nach einer kurzen Darstellung der Grundlagen zu Wärme- und Stoffübertragung sowie zur Ähnlichkeitstheorie werden die thermischen Grundoperationen der Verfahrenstechnik behandelt, die am häufigsten in der Bioverfahrenstechnik Anwendung finden: Verdampfung und Kondensation, Kristallisation, Rektifikation, Absorption, Extraktion, Adsorption und Chromatographie, Trocknung, Membranverfahren.

Einführung in die Mehrphasenströmung

Neben den einphasigen Strömungen sind in der Verfahrenstechnik die zwei- und dreiphasigen Strömungen von großer Bedeutung. Diese treten nicht nur beim Transport der Stoffe zwischen den einzelnen Apparaten der thermischen Trenntechnik und den Reaktoren auf, sondern bestimmen auch die Konstruktion der Apparate selbst, z. B. Wirbelschicht- und Rührreaktoren. Weitere Anwendungsgebiete



der Mehrphasenströmungen sind die pneumatische und hydraulische Förderung, sowie die damit verbundenen Aufgabe- und Abscheidevorrichtungen, z. B. Injektoren und Zyklone. In der chemischen Reaktionstechnik, der Biotechnologie und anderen Gebieten der Verfahrenstechnik findet man in zunehmendem Maße auch Dreiphasenströmungen aus Gas, Feststoff und Flüssigkeit, z. B. in Dreiphasen-Wirbelschicht-Reaktoren.

Nach einer Darstellung der strömungstechnischen Grundlagen (Rohrströmung, Ähnlichkeitstheorie, Partikelumströmung, Bildung von Blasen und Tropfen) erfolgt eine Beschreibung der wichtigsten Verfahren und Apparate der Mehrphasenströmungen (z. B. Blasensäulen, Strömungen durch Blenden, Austauschböden und Füllkörpersäulen).

Ionische Flüssigkeiten: innovative Prozessfluide in der Verfahrenstechnik

Ionische Flüssigkeiten („ionic liquids“ = „IL“) sind eine Gruppe von Stoffen, die etwa seit dem Jahr 2000 großes Interesse in der Forschung hervorrufen. Sie haben aufgrund besonderer Eigenschaften und ihrer Vielfältigkeit zahlreiche mögliche Einsatzgebiete in der Verfahrenstechnik, aber auch in anderen Ingenieurwissenschaften.

In dieser Vorlesung werden die Eigenschaften und die Herstellung ionischer Flüssigkeiten vorgestellt. Weiterhin werden die wichtigsten möglichen Einsatzgebiete und Anwendungen vorgestellt. Diese Beispiele kommen aus dem Bereich der Katalyse, der thermischen Trennverfahren, der Biokatalyse und der pharmazeutischen Anwendungen. Darüber hinaus werden die Perspektiven ionischer Flüssigkeiten als sogenannte Engineering Fluids, zum Beispiel als Dicht- oder Schmierflüssigkeit erläutert. Neben dem Einsatz als Bulkflüssigkeit wird auch auf das zunehmend wichtige Technologiefeld dünner IL Filme und Schichten auf festen Oberflächen eingegangen. Schließlich werden in der Vorlesung die Möglichkeiten des Recycling und Reinigung ionischer Flüssigkeiten vorgestellt und generelle Umweltaspekte erläutert und diskutiert.

Prozess- und Anlagensicherheit

Planung und Betrieb der Prozessführung in verfahrenstechnischen Anlagen sowie der Anlagenkomponenten selbst sind oft begleitet von umfangreichen sicherheitstechnischen Fragestellungen. Das Engineering der Prozesse und Massenströme kann in Zwischenstufen Risiken ergeben, die durch eine sorgfältige Gefahrenanalyse zu bewerten sind.

Die Vorlesung vermittelt die wichtigsten Grundlagen verfahrenstechnischer Sicherheitstechnik in den beiden Fachgebieten

- Analyse der Sicherheit des Prozesses und der Prozessführung und
- Sicherheit der Anlagen und ihrer Komponenten.
Vorlesungsschwerpunkte:
- Beispiel: eine Lösemittelrückgewinnungsanlage (z.B. Aceton/Wasser)
- Auslegung des Trennverfahrens (Destillation, Rektifikation)



- Beschaffung der sicherheitstechnischen Kenngrößen (Dampfdrücke, untere und obere Explosionsgrenze, Lagerungskenngrößen, Zündenergie, elektrostatische Zündgefahren, Explosionsgasgruppe des Dampf-/Luftgemisches etc.)
- Risikoanalyse der Gesamtanlage inklusive der verfahrenstechnischen Einzelschritte (z. B. Ausfall der Kondensation, Aufzeigen von Sicherheitsmaßnahmen)
- Auslegung der zu- und abgeführten Stoffströme (Lagerung, Transport, Förderung), staatliche Transport- und Lagerungsvorschriften
- Auslegung der Prozessleittechnik (MSR) mit Blick auf die abzuwehrenden Sicherheitsrisiken
- Dokumentation der sicherheitstechnischen Auslegung.

Elektrochemische Verfahrenstechnik und Brennstoffzellen

Die Vorlesung vermittelt den Aufbau und die Einsatzmöglichkeiten von verschiedenen Typen von Brennstoffzellen.

Aufbauend auf der Vorlesung *Mobile Brennstoffzellenanwendungen* wird vertiefend auf die elektrochemischen Vorgänge im Inneren von Brennstoffzellen eingegangen. Eckpfeiler der Vorlesung sind im Einzelnen:

- Sozio-ökonomische Einordnung des Themas Brennstoffzelle
- Erläuterung von elektrochemischen Grundlagen
- Vermittlung der notwendigen thermodynamischen Grundlagen
- Vorstellung von Grenzflächenphänomenen
- Einführung in die Reaktionskinetik
- Ableitung der Butler- Volmer Gleichung
- Diskussion auftretender Überspannungen
- Vorstellung verschiedener Brennstoffzellen, Brennstoffzellensysteme und deren Anwendungen
- Vorstellung moderner Messmethoden (z.B. Impedanz- Spektroskopie, Cyclo-Voltametrie)

Messtechnik für Energie- und Verfahrenstechnik

Die Vorlesung gibt einen Überblick über die für die Verfahrenstechnik relevanten Messtechniken mit Hinweisen zum Aufbau einer leistungsfähigen Messdatenerfassung für Laborzwecke. Des Weiteren werden Beispiele zu industriellen Prozessleittechniken erläutert.

Die Kapitel der Vorlesung gliedern sich in folgender Weise:

- Temperatur
- Druck und Druckdifferenzen
- Feuchte
- Elektrische Größen
- Masse
- Dichte (Flüssigkeiten und Gase)
- Durchfluss (Flüssigkeiten, Gase, heterogene Phasen)

- Massenstrom (Flüssigkeiten, Gase, heterogene Phasen)
- Füllstand (Flüssigkeiten, Schüttungen)
- On-line Analytik für Gaszusammensetzung
- On-line Analytik für flüssige Gemische
- Partikelmesstechnik
- Messtechnik für Ex-geschützte Zonen
- Messtechnik zur Reinraumüberwachung
- Grundlagen von RI-Fließbildern (normative Grundlagen, Beispiele)
- Aufbau einer leistungsfähigen Labordatenerfassung
- Prozessleittechnik (Bussysteme, graphische Benutzeroberflächen, Datenspeicherung)

3.2 Gemeinsame Vorlesungen der EVT-Institute

Prof. Scholl, Kwade, Dr.-Ing. Ingo Kampen

Mikroverfahrenstechnik

(WS, VL 02, UE 01)

Die Umsetzung thermischer, mechanischer und chemischer Grundoperationen in den Mikromaßstab und deren Integration in verfahrenstechnische Anlagen wird den Studierenden dargestellt. Die für die Umsetzung erforderlichen Kenntnisse zur Skalierung und Miniaturisierung physikalischer Effekte und deren Auswirkungen auf die Fluid- und Thermodynamik in Mikrosystemen werden erarbeitet und diskutiert. Anhand der Vor- und Nachteile der Mikroverfahrenstechnik soll die industrielle Bedeutung behandelt und gegenwärtige sowie zukünftige Einsatzgebiete von Mikrokomponenten vorgestellt werden. Schwerpunkte der Vorlesung sind:

- Herstellung mikrofluidischer Komponenten
- Mikrofluidische Bauteile
- Wärmeübertragung ein- und zweiphasig
- Fouling
- Reaktionen
- Mischen
- Partikel in Mikrosystemen
- Dispergieren
- Fällung
- Sicherheitsaspekte

Prof. Friedrich, Kremer, Scholl

Numerische Simulation (CFD)

(WS, VL 02, UE 01)

Es werden fundierte Kenntnisse über die mathematischen Grundlagen der Diskretisierung und der numerische Lösung des Systems der Bilanzgleichungen von reagierenden Strömungen vermittelt. Dies umfasst die notwendige Vorbereitung der



Daten für Strömungsberechnungen, die Durchführung der CFD-Simulationen und die Überprüfung und Beurteilung der erzielten Ergebnisse. Es werden Fähigkeiten vermittelt, komplexe CFD-Simulationen unter Einbeziehung anderer Disziplinen vorzubereiten und durchzuführen.

Die Vorlesung gliedert sich in folgende Themengebiete:

- System der Bilanzgleichungen der Fluidodynamik
- Grundlagen der Turbulenzmodellierung
- Grundlagen der Berechnung von Zweiphasenströmungen
- Diskretisierung und numerische Lösungsverfahren
- Finite-Volumenmethode,
- Methoden zur Lösung nichtlinearer algebraischer Gleichungssysteme
- Konvergenz und Stabilität der Diskretisierungsschemata
- Beurteilung und Validierung der Ergebnisse

3.3 Verfahrenstechnisches Praktikum

Die Verfahrenstechnischen Praktika sind individuell nach Studiengang Bestandteil der Module in den Bachelor- und Masterstudiengängen:

- Phasengleichgewichte
- Extraktion
- Rektifikation
- Adsorption
- Kristallisation
- Membranen
- Absorption

3.4 Studienarbeiten

124	Kattein, Bettina	Untersuchungen zur Trennung eines ternären Aminosäuregemisches mittels Ionenaustauschchromatographie
125	Schäfer, Carlo	Charakterisierung der Leistung eines Kreuzstrom-Mikrowärmeübertragers
126	Sieger, Thomas	Numerische Charakterisierung des Wärme- und Impulstransports in einem durchströmten Rechteckkanal
127	Süß, Jan	Erstellung einer Simulation zur Berechnung eines Thermoblech-Naturumlaufverdampfers
128	de Groot, Lisa-Marie	Experimentelle Untersuchung des Einflusses von Ultraschallwellen auf Kristallisationsprozesse



- 129 Feick, Timo Einfluss des Laserschweißen auf das Foulingverhalten von DLC-beschichteten Oberflächen
- 130 Karst, Laura Modellierung, Simulation und Optimierung einer Abgasbehandlung als Kombination aus Kondensation und Adsorption
- 131 Koch, Florian Konstruktion von statischen Mischern und experimentelle Untersuchung in einer Mixer-Settler-Anlage
- 132 Roesch, Janina Bestimmung von dynamischen und statischen Hold-up strukturierter Packungen unter Variation der Stoffeigenschaften
- 133 Schnöing, Lukas Stoffdatenermittlung einer wässrigen CaSO_4 Lösung und Übertragung zur online-Konzentrationsmessung in Foulingversuchen
- 134 Luttmann, Thomas Optimierung der Einlaufgeometrie eines Mikrowärmeübertragers basierend auf der numerischen Strömungssimulation
- 135 Scheumann, Alexandra Untersuchungen zur Foulingminderung durch Oberflächenmodifikation bei der Kühlungskristallisation von Saccharose unter Strömungseinfluss
- 136 Shao, Yangliang Experimentelle Untersuchungen des Wärmeübergangs und der Fluidynamik in einem Thermoblech-Naturumlaufverdampfer bei der Verdampfung von 1-Hexanol
- 137 Wang, Xue Beeinflussung der Biofilmmorphologie
- 138 Fürstberger, Frederic Entwurf eines Ansatzes zur Implementierung systematischer Life Cycle Assessment (LCA)-Analysen in der Verfahrensentwicklung
- 139 Zou, Qianwen Entwicklung dimensionsloser Kennzahlen auf Basis experimenteller Charakterisierungen von Modellverschmutzungen
- 140 Niggemann, Matthias Untersuchung der Extraktion von Hyperforin aus Wurzelzellen
- 141 Jahnke, Stefan Adsorption von Dimethylcarbonat an Aktivkohle: Verbesserung des experimentellen Aufbaus und Ermittlung von Durchbruchkurven
- 142 Schmale, Cabin John Optimierung der Synthese eines schwer wasserlöslichen pharmazeutischen Wirkstoffes



- 142 Schwarz, Dennis Entwicklung eines Simulationsprogramms einer kontinuierlichen Mehrsäulenchromatographie anhand der Trennung von Aminosäuren
- 143 Arndt, Hendrik Entsalzung einer stark salzhaltigen Aminosäurelösung mittels Elektrodialyse
- 144 Grübler, Martin Entwicklung und Automatisierung einer visuellen Analyse von uniaxialen Kompressionsversuchen an Enzymimmobilisaten
- 145 Meyer, Sabrina Charakterisierung der Stabilität und Aktivität von Enzymimmobilisaten in Phosphatpuffer
- 146 Spiegel, Christoph Adsorption von Dimethyl- und Ethylmethylcarbonat an Aktivkohle und Trockenperlen
- 147 Fischer, Maxi
Marleen Partikelbeanspruchung in gerührten Behältern
- 148 Jentsch, Phillip Anwendung des MCSGP-Verfahrens für die Trennung von binären und ternären Aminosäuregemischen
- 149 Schwindt, Nadja Bestimmung der Adsorptionsenergieverteilung an Zeolithextrudaten
- 150 Eilts, Friederike Application of Ion Exchange for the Removal of Pure Organic Compounds in presence of Salts
- 151 Hadler, Kerstin Experimentelle Untersuchung der Reinigung von Kristallisationsfouling
- 152 Herbig, Markus Numerische Untersuchung von Fluidodynamik und Wärmetransport in einem Doppelrohr-Wärmeübertrager
- 153 Sachse, Sophie Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften von Chitosan
- 154 Kohler, Maximilian Charakterisierung rheologischer Eigenschaften von Modellverschmutzungen
- 155 Brüggemann, Julien Methodenentwicklung für ein Reinigungsmittel-Screening
- 156 Yuan, Sijia Untersuchung der Fluidodynamik eines Rieselfilms an einer senkrechten ebenen Platte in Abhängigkeit der Fluideigenschaften und der Filmaufgabe
- 157 Niu, Shaonan 3-D Thermal Model for Lithium-ion Battery Safety Failure Process



- 158 Plogstert, Stefan Materialflusskostenrechnung eines Batch-Prozesses zur Herstellung hoch feststoffhaltiger Wandfarbe
- 159 Röwe, Katharina Experimentelle Untersuchung der Flockung zur Vorbehandlung bei der Trinkwasseraufbewahrung
- 160 Schwerdtfeger, Nathalie Entwicklung einer Methodik zur rezepturgenauen Herstellung einer Pulvervornischung
- 161 Szardenings, Anna Konzeptentwicklung der Prozessintegration aus Verdampfungstrocknung und Thermodruckhydrolyse für Klärschlamm
- 162 Wang, Guan Adsorptive Abgasreinigung: Einfluss eines unstabilen Adsorptivs auf das Adsorptionsgleichgewicht
- 163 Wiese, Hanna Erarbeitung eines Qualitätsstandards und des zugehörigen Prüfverfahrens für hoch feststoffhaltige Wandfarben
- 164 Zakria, Alexander Lokale Auflösung von Foulingvorgängen mittels faseroptischer Temperaturmessung
- 165 Kluitmann, Jonas Untersuchung der Mehrkomponentenadsorption und -desorption mittels statischer und dynamischer Methoden
- 166 Schröder, Lennart Gegenüberstellung der Vorgehensweisen einer ökologischen Bewertung von Produktionsprozessen nach DIN EN ISO 14040/14044 und Leitlinie der EU

3.5 Bachelorarbeiten

- 42 Riekhof, Alexander Experimentelle Untersuchungen von Oberflächenbeschichtungen zur Foulingminderung bei der Kühlungskristallisation von Saccharose
- 44 Rohwer, Florian Bestimmung der Größenverteilung abgelöster Partikel bei der Reinigung
- 45 Küster, Timo Experimentelle Untersuchung der Eiskristallbildung auf modifizierten gekühlten Oberflächen
- 46 Peschel, Esther Vergleich der Emulgierwirkung verschiedener Drahtgewebe bei der kontinuierlichen Herstellung einer Bindemittlemulsion
- 47 Stahnke, Heiner Untersuchung der Einflussfaktoren auf die adsorptive Entfärbung Ionischer Flüssigkeiten aus der Cellulosefaserherstellung

- 48 Possiel, Jennifer Untersuchung des Einflusses von Ultraschallwellen auf die Kühlungskristallisation
- 49 Utecht, Andreas Methodenentwicklung zur quantitativen N-methylmorpholin-N-oxid Analyse in wässrigen ionischen Flüssigkeiten
- 50 Müller, Jannes Untersuchungen zur Extraktionskinetik von Lithiumhexafluorophosphat aus Lithium-Ionen-Batterien
- 51 Zarinwall, Ajmal Untersuchung zur Extraktion und Stabilisierung von Hyperforin
- 52 Oettel, Christian Ultraschall-Reinigung von Biofouling in Trinkwasser
- 53 Ott, Hendrik Zur ökologischen Bewertung von Spülkreisläufen in der PKW-Lackierung
- 54 Wiegmann, Eike Adsorptive Abgasreinigung: Einfluss von Temperatur und Verweilzeit auf die Zersetzung der Adsorptive Dimethylcarbonat und Ethylmethylcarbonat
- 55 Dierking, Gerrit Elektrosponning von Chitosan mit Gruppen zu Photovernetzung
- 56 Foisel, Solveigh Fluid Dynamic Gauging in pulsierenden Strömungen
- 57 Müller, Jasmin Bestimmung des Haftverhaltens von Hydrogelen als Biofilmmodellsystem auf Graphitelektroden
- 58 Röttgen, Niklas Adsorptive Abgasreinigung: Untersuchung der Zersetzung der Adsorptive Dimethylcarbonat und Ethylmethylcarbonat unter inerter Atmosphäre
- 59 Schmidt, Claudia Übertragung der erweiterten Elution by Characteristic Point Methode für kleine Stufenzahlen auf pharmazeutische Systeme
- 60 Vorländer, Karl Trienzymatische Herstellung von Laminaribiose mit reaktionsintegrierter Adsorption

3.6 Masterarbeiten

- 29 Sender, Maximilian Einfluss von Silica Nanopartikeln auf Bildung und Stabilität einer Pickering-Emulsion
- 30 Kretschmer, Kerstin Erarbeitung und Implementierung eines Regelkonzepts für die Mikrokonti-Laboranlage



- | | | |
|----|--------------------------|---|
| 31 | Lohanatha, Ananta Fabian | Online or Atline Monitoring of Impurities for Improved Protein Purification Procedures |
| 32 | Matela, Maika | Entwicklung eines Handbuchs zur Auslegung von Fallfilmwärmeübertragern |
| 33 | Prziwara, Paul Fabio | Prozessoptimierung zur Herstellung eines innovativen Katalysatorkonzepts zur Abgasnachbehandlung moderner Dieselmotoren |
| 34 | Ortmann, Tim | Untersuchungen zur Prozessgestaltung einer trienzymatischen Synthese |
| 35 | Grumbrecht, Ronja | Explication des Sinner'schen Kreises in der Reinigungstechnik |
| 36 | Rudolph, Martin | Methodenentwicklung zur experimentellen Untersuchungen der Fluidodynamik in flüssig-flüssig Dispersionen |
| 37 | Scholz, Vanessa | Optimization of an Oil-Cooler in a Heavy-duty Diesel Engine using Computational Fluid Dynamics |
| 38 | Enders, Frauke | Modellierung eines Adsorptionsprozesses in der Simulationsumgebung ANSYS CFX |
| 39 | Kusian, Arnold | Charakterisierung des Abfüllprozesses von Biopharmazeutika mittels Computational Fluid Dynamics (CFD) |
| 40 | Andersen, Dirk | Integrierte Verfahrensbearbeitung am Beispiel der Interaktion von Fließbildsimulation und Wärmeintegrationsanalyse |
| 41 | Lu, Yan | Oberflächenkonditionierung von DLC Beschichtungen zur Minderung des Foulingverhaltens in Wärmeübertragern |
| 42 | Shao, Yangliang | Ermittlung diffuser Emissionen von einzelnen Bauteilen in einer bestehenden Anlage |
| 43 | Kattein, Bettina | Experimentelle Studie zur Anwendbarkeit der SMB zur Trennung von pseudoternären Gemischen |

- 44 Laufer, Kristina Numerische Simulation der partikulären Strömungen in einem Mikrowärmeübertrager zur Identifizierung und Beschreibung eines Foulingvorgangs
- 45 Hohlen, Annika Experimentelle Untersuchung von Einflussfaktoren auf Eiskristallstrukturen
- 46 Kraus, Yvonne Analytische Untersuchung von Einflussgrößen bei der Alterung moderner Kühlmittel für Verbrennungsmotoren
- 47 Sieger, Thomas Experimentelle Untersuchung des Kondensationsverhaltens an Glattrohren und bei Verwendung von Drahtgestrickeinbauten
- 48 Krüger, Julia Wärmetechnische Berechnung eines Rohrbündelwärmeübertragers in einem Wirbelschichtverdampfungstrockner
- 49 Balmforth Slater, Charlotte Reinigung des Abgases aus dem Recycling von Li-Ion-Batterien mit Festbettadsorption
- 50 de Groot, Lisa-Marie Untersuchung von Fouling durch Partikel aus kommunalem Faulschlamm bei der Wirbelschichtverdampfungstrocknung
- 51 Fritsche, Jana Optimierung der Elution by Characteristic Point Methode für Säulen mit geringer Trennstufenzahl
- 52 Fürstberger, Frederic Bestimmung von stofflichen und betrieblichen Einflüssen auf Hold-up und Verweilzeitverteilung der Flüssigkeit in einer Packungskolonnen
- 53 Luttmann, Thomas Automatisierte Auslegung von Kühlkörpern für elektronische Komponenten mit gegebener Wärmequelle mittels OpenFOAM
- 54 Schnöing, Lukas Entwicklung eines Ansatzes zur Korrelation integraler und lokaler Foulingwiderstände basierend auf Experimenten
- 55 Süß, Jan Kinetische Untersuchungen zur adsorptiven Reinigung der Ionischen Flüssigkeiten 1-ethyl-3-methylimidazoliumacetate
- 56 Tornack, Annika Synthese und Aufarbeitung eines pharmazeutisch relevanten Stoffes aus der Gruppe der M-NHC Komplexe



- | | | |
|----|---------------------|---|
| 57 | Brakemeyer, Jan | Analyse und Modifikation des Applikationsverfahrens der Schokoladenummantelung von Eiscreme zur Stabilisierung und Reduktion der Prozessvarianz |
| 58 | Jentsch, Phillip | Übertragung und Untersuchung der Synthese und Aufarbeitung des Proteinkinaseinhibitors KuFal194 |
| 59 | Feick, Timo | Vergleich von Simulationsprogrammen zur Berechnung der stofftransportkontrollierten Kondensation in Rohrbündelapparaten |
| 60 | Grübler, Martin | Erarbeitung eines kombinierten Ansatzes zum Screening von Lösungsmitteln für neuartige Wirkstoffe |
| 61 | Gutperl, Sven | Fluiddynamische Charakterisierung einer Packungskolonie auf Basis von Verweilzeitmessungen |
| 62 | Jahnke, Stefan | Inbetriebnahme eines Dünnschichtverdampfers: Erstellung der Anlagensteuerung und Untersuchung zur Verdampferleistung |
| 63 | Lübeck, Sebastian | Analyse und Abtrennung von Inhaltsstoffen aus einem Abfallstrom bei der Produktion von Pektin aus Zitrusfrüchten |
| 64 | Niggemann, Matthias | Optimierung der Aufreinigung eines schwer wasserlöslichen pharmazeutischen Wirkstoffes |
| 65 | Schwarz, Dennis | Entwicklung eines Life-Cycle-Konzeptes für die Reinigungsvalidierung nach GMP Anforderungen |

3.7 Forschungspraktika / Projektarbeiten

- | | | |
|----|--|---|
| 18 | Eilts, Friederike,
Joswig, Julia,
Riekhof, Alexander
Subel, Jonas | Von Batch zu Conti - Die Zukunft des Bierbrauens |
| 19 | Pommerehne,
Kathrin | Methodenentwicklung zur Bestimmung von Kohäsionskräften in quellenden Schichten mittels FDG |
| 20 | Calise, Ian | Simulation der Adsorptionsvorgänge in einem durchströmten Festbett am Beispiel einer Chromatographiesäule |



- | | | |
|----|---|--|
| 21 | Bender, Anna
Dierking, Gerrit
Meyer, Tobias,
Wiegman, Eike | Eiskristalle - Herausforderungen in der Verfahrenstechnik |
| 22 | Feil, Sarah
Dorothee | Einfluss von Spül- und Kulturmedien auf die Oberflächenenergie von Sicon- und Titandioxid-Beschichtungen |
| 23 | Gessert, Laura | Experimentelle Untersuchung der Beeinflussung von Kristallisationsfouling mittels beschichteter Oberflächen |
| 24 | Sass, Ann-Cathérine | Charakterisierung der Aktivität von Saccharose-Phosphorylase bei der Mobilisierung aus SEPA-Beads in Chitosan |
| 25 | Foisel, Solveigh
Müller, Jasmin
Wagner, Janika | Aufarbeitsverfahren für pharmazeutische Wirkstoffe - neuartige kontinuierliche Methoden |
| 26 | Niedbatka, David
Rippe, Tim
Steltens, Maja | Reinigung in der Lebensmittelindustrie - Herausforderungen und innovative Ansätze |
| 27 | Walther, Jakob | Untersuchung von Extraktion und Präzipitation zur Aufreinigung von monoklonalen Antikörpern und scFv-Fragmenten. |
| 28 | Brandt, Frederik
Duwe, Lukas | Fouling und Reinigung in der Kunststoffindustrie |
| 29 | Arfmann, Karoline | Fließbildsimulation der abgasproduzierenden Grundoperationen des Batterierecyclings |
| 30 | Hacke, Sandra | Untersuchung der konzentrationsabhängigen Diffusionskoeffizienten von Zucker und Chitosan |
| 31 | Kluitmann, Jonas | Bestimmung und Vergleich von Adsorptionsisothermen aus statischen und dynamischen Messungen von Zuckern an BEA-150-Zeolithen |

3.8 Promotionen

2015

Schoenitz, Martin	Kontinuierliche Kristallisation von Lipidnanopartikeln in mikrostrukturierten Apparaten
Wellner, Niels	Entwässerung Ionischer Flüssigkeiten mittels Fallfilmverdampfung

2016

Bratdmöller, Christian	Einfluss erhöhter Viskosität auf die Trennleistung von strukturierten Packungen in der Rektifikation
------------------------	--

3.9 Kolloquium für Energie- und Verfahrenstechnik

2015-2016

Prof. Zarko Olujic <i>Delft University of Technology</i>	Predicting the Hydraulic and Mass Transfer Performance of Structured Packing
Jun.-Prof. Dr. Dietrich Kohlheyer <i>Forschungszentrum Jülich, Institut für Bio- und Geowissenschaften</i>	Spatio-temporal microbial single-cell analysis at picoliter scale
Dr. Ian Ransome <i>Sartorius GmbH</i> <i>Leader ambr Taskforce</i>	Ambr: High throughput, automated solutions for advanced bioprocess development
Dr. Guillaume Delaplace <i>Institute National de la Recherche Agronomique (INRA), Lille / France</i>	Dimensional analysis: A tool still up to date for investigating food processes in complex equipment
Prof. Dr. Derek Lister <i>University of New Brunswick, Canada</i>	Studies at the University of New Brunswick, Canada, into Corrosion and its Consequences in Power Systems

3.10 Hochschulkurse

Seit 2008 werden im zweijährlichen Wechsel die Hochschulkurse „Fouling in Wärmeübertragern – Ursachen, Mechanismen, Abhilfen (Start 2008) und „Produktschonende Verdampfung – Verfahren und Apparate“ (Start 2009) durchgeführt.

Fouling in Wärmeübertragern – Ursachen, Mechanismen, Abhilfen

Im Kurs werden zunächst die Grundlagen der Wärmeübertragung speziell im Hinblick auf die Behandlung von Fouling vermittelt. Wesentliche Themen der weiteren Kursbeiträge sind:

- Auftreten und Charakteristika verschiedener Foulingarten: Partikel-, Kristallisations-, Bio-, Reaktions- und Korrosionsfouling
- Verdampfung und Fouling
- Industrielle Beispiele und Problemlösungen
- Fouling bei der Lebensmittelherstellung
- Foulingminderung durch apparative Maßnahmen
- Oberflächenbehandlung zur Foulingminderung
- Weitere Foulingprobleme: Membranfouling, Kolonnenfouling, Crude Oil Fouling
- Ökonomische Aspekte
- Reinigung
- Experimentelle Vorgehensweise für Foulinguntersuchungen
- CFD in Foulinguntersuchungen

Energieeffiziente und Produktschonende Verdampfung – Verfahren und Apparate

Im Kurs werden die Vorgehensweise zum Design eines produktschonenden Verdampfungsverfahrens sowie die gebräuchlichsten Verdampferbauformen mit ihren typischen Charakteristika und Anwendungen behandelt. Insbesondere sind dies

- Selbstumlaufverdampfer (Robert- und Naturumlaufverdampfer),
- Zwangsumlauf- und Zwangsumlauf-Entspannungsverdampfer,
- Fallfilm- und Kletterfilmverdampfer sowie
- Dünnschicht- und Kurzwegverdampfer.

Die Vorgehensweise für eine orientierende Dimensionierung sowie für eine Detailgestaltung mithilfe kommerzieller Auslegungsprogramme wird dargestellt. Weitere Angaben erlauben die Abschätzung der Investitionen und Betriebskosten der Apparate- und Prozesskonzepte. Die Darstellung verschiedener praktischer industrieller Ausführungen produktschonender Verdampfung sowie von Möglichkeiten zur Intensivierung von Verdampfungsvorgängen runden die Beiträge ab.

4 Aktuelle Forschung

4.1 Fouling und Reinigung

4.1.1 Lokale Bestimmung von Foulingvorgängen als Grundlage zur Beschreibung des integralen Verhaltens

(Dipl.-Ing. Florian Schlüter)

Die herkömmliche Modellierung des Foulingwiderstandes basiert auf der integralen Wärmebilanz eines Wärmeübertragungsprozesses. Dabei werden örtliche Änderungen des Wärmeübergangs im Wärmeübertrager nicht berücksichtigt. Aufgrund von Temperaturunterschieden entlang eines Wärmeübertragers kommt es allerdings zu einer ungleichmäßigen Verteilung der Ablagerungsmasse. Folglich wird die aufwachsende Foulingschichtdicke, welche die Querschnittsverengung des Strömungsweges bestimmt, unterschätzt und eine optimale Wärmeübertragerauslegung unter Berücksichtigung der Belagbildung ist somit nicht möglich.

In diesem Forschungsprojekt werden lokale Temperaturen und lokale Druckverluste entlang eines Doppelrohr-Wärmeübertragers gemessen. Basierend darauf werden eine Modellierung der Verteilung lokaler Foulingschichtdicken und ein Berechnungsmodell zur korrekten Bilanzierung des Foulingverhaltens erstellt. Zur lokalen Auflösung des Temperaturverlaufs werden am ICTV zwei Methoden angewandt: die Messung in der Außenwand des inneren Rohrs i) mit mehreren lokalen Thermoelementen sowie ii) mit Hilfe einer faseroptischen Messmethode. Aus den aufgenommenen Messwerten sowie mit Hilfe einer volumetrischen und einer optischen Methode werden lokale Schichtdicken und Oberflächenrauheiten bestimmt, womit schlussendlich eine Korrelation zwischen dem Temperaturmesswert und einer Schichtdicke sowie -rauheit hergestellt werden kann.

Abb. 4.1 zeigt den Verlauf von lokalen Foulingwiderständen (R_f) an verschiedenen axialen Positionen (0,25 m, 1 m, 1,5 m und 1,75 m) des zwei Meter langen Innenrohres des Doppelrohr-Wärmeübertragers, aufgetragen über eine Versuchszeit von knapp 17 Tagen.

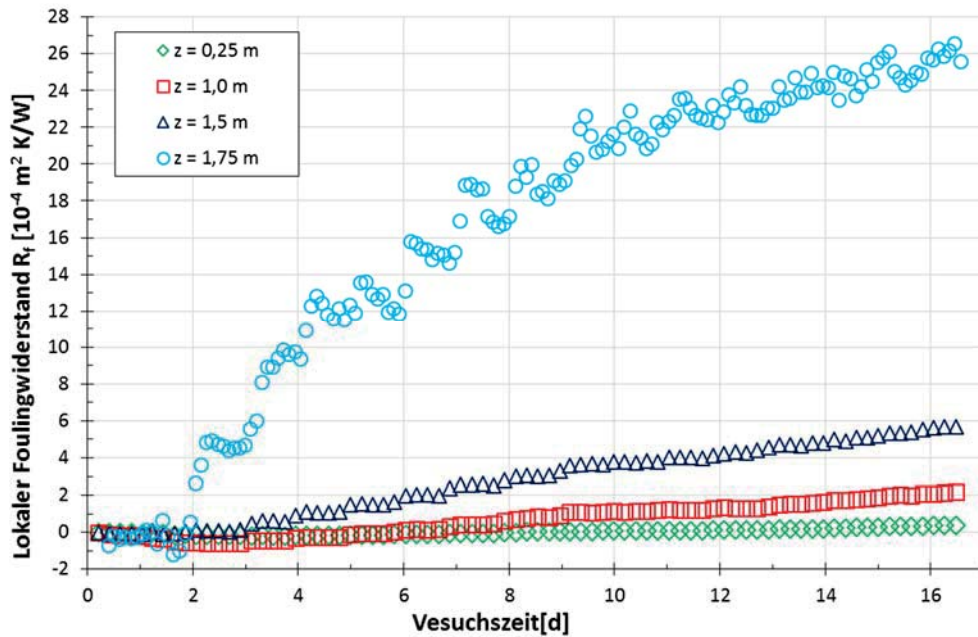


Abb. 4.1: Lokale Foulingwiderstände entlang des Testrohrs bei einem Versuch mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 1,5 m/s.

Während des Versuchs wurden im Gegenstrom eine wässrige Calciumsulfatlösung (0,027 mol/l) mit 42 °C Eintrittstemperatur durch das Innenrohr und Heizwasser mit 80 °C Eintrittstemperatur durch den Ringspalt gefördert. Die zur Berechnung der Foulingwiderstände benötigten Temperaturmessungen wurden in diesem Fall mittels Thermoelementen durchgeführt. Die Zunahme von R_f entlang der Teststrecke ist deutlich zu sehen. Dabei ist die Erhöhung des Foulingendwertes von der Position $z=1,5 \text{ m}$ auf $z=1,75 \text{ m}$ bereits 5-fach so groß wie der Anstieg von $z=1 \text{ m}$ auf $z=1,5 \text{ m}$. Dies lässt den großen Einfluss von lokalen Wandtemperaturunterschieden aufgrund des Gegenstrombetriebs erkennen. Allerdings ist es aus konstruktiven Gründen nicht möglich, den Bereich zwischen $z=1,75 \text{ m}$ und $z=2,0 \text{ m}$, in welchem sich der Heizwassereinlauf befinden, ausreichend mit lokalen Thermoelementen aufzulösen. Um hier dennoch Informationen über die lokale Verteilung der Belagbildung zu erlangen, wird eine Glasfaser zur faseroptischen Temperaturmessung entlang der gesamten Messstrecke eingesetzt. Diese Messtechnik erlaubt eine zentimetergenaue Bestimmung der Wandtemperaturen des Innenrohrs.

Zur optischen Auswertung der Belagssituation entlang des Rohrs und zur Untersuchung der Schichtstruktur wird das Innenrohr im Anschluss an einen Foulingversuch in mehrere Segmente einer Länge von 0,25 m zerschnitten. Abb. 4.2 zeigt Fotos der Rohrquerschnitte verschiedener Segmente. Die Zunahme der Fouling-schichtdicke entlang des Rohres und die damit einhergehende Einschnürung des freien Strömungsquerschnittes sind offensichtlich. Besonders ist hierbei der Unterschied zwischen den Rohrquerschnitten an den Positionen $z=1,75 \text{ m}$ und $z=2 \text{ m}$ hervorzuheben. Diese Feststellung bekräftigt die Notwendigkeit der exakten lokalen Auflösung der Belagssituation in diesem Bereich.

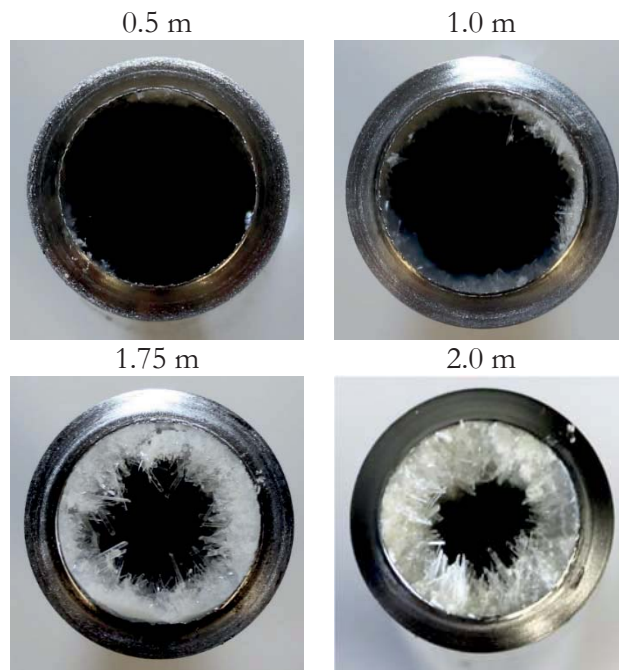


Abb. 4.2: Fotos von Querschnitten einzelner Rohrsegmente an verschiedenen axialen Positionen. Der Versuch wurde bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 1.5 m/s durchgeführt.

Erste Validierungen des Systems mit Versuchen ohne Foulingbildung haben ergeben, dass die Messtechnik zuverlässige und reproduzierbare Temperaturmesswerte entlang des Wärmeübertragers liefert. Zum Vergleich der Messwerte wurden die Messwerte eines parallelen geschalteten Doppelrohrs, ausgestattet mit mehreren lokalen Temperaturelementen, sowie die Messwerte eines Thermoelements, welches als Stützstelle an der axialen Position $z=1,75$ m neben der Glasfaser installiert ist, herangezogen.

4.1.2 Foulingverhalten zwitterionischer DLC-Oberflächen

(Lukas Schnöing, M. Sc.)

Im Rahmen des Projekts wird in Zusammenarbeit mit dem Institut für Oberflächentechnik (IOT) der TU Braunschweig die Gültigkeit zweier Hypothesen zur Bildung von Foulingbelägen auf beschichteten Oberflächen untersucht und für die Anwendung in der Verfahrenstechnik experimentell überprüft. Die daraus gewonnenen Erkenntnisse werden in einer Modellierung erfasst. Die Hypothesen betreffen zum einen die Herstellung modifizierter diamantähnlicher (diamond-like carbon, DLC) Beschichtungen, die auch unter Gebrauchsbedingungen gleiche und nicht zu geringe Dichten positiv und negativ geladene funktionelle Gruppen aufweisen („zwitterionische“ Oberflächen). Diese Beschichtungen lassen sich nicht

nur, wie bereits bekannt, durch Plasmamodifizierung nach der Schichtabscheidung erhalten, sondern auch durch Einbau geeigneter Elemente oder Verbindungen während der Deposition. Die zweite Hypothese betrifft das Foulingverhalten derartige Oberflächen, bei denen von einem günstigen Foulingverhalten ausgegangen wird, also besonders geringe Adsorption z. B. von Proteinen und Salzen aus gesättigten Lösungen.

Hinsichtlich der ersten Hypothese steht am IOT die Herstellung modifizierter DLC-Schichten im Vordergrund. Ziel dabei ist ein tieferes Verständnis des Zusammenhangs von Herstellungsbedingungen solcher Schichten mit der chemischen Zusammensetzung der Oberfläche und ihrem physikalisch-chemischen Zustand. Das ICTV beschäftigt sich insbesondere mit der chemischen und thermischen Beanspruchung der Beschichtung sowie den dabei ablaufenden Veränderungs- und Konditionierungsprozessen durch Belagbildung und Reinigung. Zudem soll der Zusammenhang zwischen dem Zustand der Schichtoberfläche und dem Foulingverhalten sowie der Einfluss der Oberflächenladung auf die Morphologie des Belages aufgeklärt werden. In enger Zusammenarbeit beider Institute werden Möglichkeiten der gezielten Modifikation von DLC-Beschichtungen zur Verminderung von Fouling und Reduzierung der Alterung identifiziert und verifiziert.

Zwitterionische DLC-Oberflächen

Das technische Potential von diamantähnlichen Kohlenstoffschichten ist besonders in seinen mechanischen Eigenschaften wie einer hohen Verschleißbeständigkeit und Härte begründet. Diese Schichten zeichnen sich auch durch eine hohe thermische und chemische Beständigkeit und Inertheit aus. Darüber hinaus weisen sie im Vergleich zu anderen Hartstoffschichten eine relativ geringe spezifische freie Oberflächenenergie auf. Im Hinblick auf die Minderung oder Vermeidung von Fouling erwiesen sich Oberflächen mit einer geringen Oberflächenenergie als vorteilhaft, da geringere attraktive Wechselwirkungen zwischen den belagbildenden Komponenten in der Lösung und der Oberfläche vorherrschen. Weiterhin zeigten frühere Forschungsarbeiten einen wesentlichen Einfluss des polaren Anteils der spezifischen freien Oberflächenenergie auf das Foulingverhalten. Dieser führt zur Bildung einer hydratisierten Grenzfläche und stellt damit eine Barriere für die Proteinadsorption dar. Der Einsatz von zwitterionischen Oberflächen vereint beide foulingmindernde Effekte. Zum einen lässt sich die Oberflächenladung von DLC-Schichten durch geeignete Modifikationen des kovalenten Kohlenstoffnetzwerks bzw. durch den Ersatz des Wasserstoffs durch Heteroelemente weiter verringern (oder vergrößern). Zum anderen kann der polare Anteil durch positiv und negativ geladene Zentren in gleicher und nicht zu geringer Dichte erhöht werden, ohne dass die Gesamtladung der Oberfläche ansteigt.

Experimentelle Untersuchungen

Während die Schicht- und Oberflächenanalytik, speziell die quantitative Bestimmung wichtiger funktioneller Oberflächengruppen, vornehmlich vom IOT durchgeführt wird, stehen am ICTV gezielte Untersuchungen zu den Einzelmechanismen während der Belagbildung und Reinigung im Fokus. Als belagbildende Systeme werden Molkeproteinisolat (WPI) und Milchsäure (SMUF) verwendet, sodass das proteinbasierte und kristalline Milchfouling sowie die Interaktion dieser Belagbildungssysteme analysiert werden kann. Zu Beginn stehen Untersuchungen zum Einfluss wiederkehrender Reinigungen (Konditionierung der Oberfläche) und dem damit verbundenen Einfluss auf die Beschichtung und die Belagbildung. Dazu werden alle Proben typischen Reinigungsprozeduren unterzogen. Die anschließenden Foulingexperimente werden in einem temperierbaren Doppelmantelgefäß, der Fouling-Batchanlage, durchgeführt (vgl. Abb. 4.3). Dabei werden jeweils zwei Probekörper auf einen elektrischen Heizstab geklemmt. Dieser taucht in die Versuchslösung ein. Durch moderates Rühren wird ein Temperatur- und Konzentrationsausgleich sichergestellt. Um ein grundlegendes Verständnis der relevanten Vorgänge im Belag zu erlangen werden keine signifikanten Scherkräfte auf sich bildende Ablagerungen aufgebracht. Dadurch kann allein das Ablagerungs- und Adhäsionsverhalten erfasst werden ohne den Einfluss eines möglichen Abtrags.

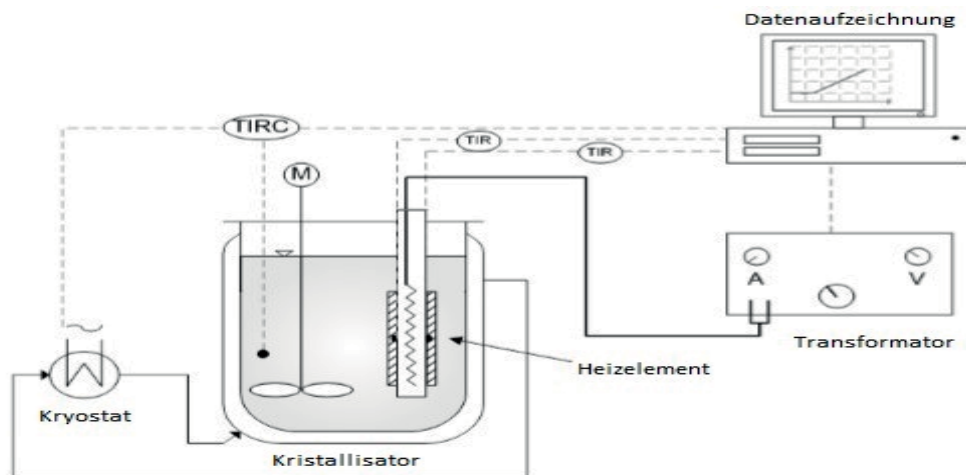


Abb. 4.3: Batchanlage zur Durchführung der Foulingexperimente

Weiterhin werden für die Foulingexperimente die Wärmestromdichte und damit die Oberflächentemperatur am Substrat variiert. Am Beispiel von SMUF wird der Einfluss unterschiedlicher Bulktemperaturen untersucht. Über zwei Thermoelemente zwischen Heizelement und Probekörper können die Oberflächentemperatur und daraus der Foulingverlauf als Funktion der Zeit ermittelt werden. Ebenso werden die Foulingschichten hinsichtlich ihrer Masse, Struktur und Zusammensetzung untersucht. Parallel dazu werden in enger Zusammenarbeit mit dem IOT identisch vorbehandelte Oberflächen physikalisch-chemischen Untersuchungen (Dichte funktioneller Gruppen, ζ -Potential, Komponenten der freien Oberflächenenergie)

unterzogen, um eine Korrelation zwischen Foulingverhalten und Oberflächenzustand herzustellen. Ein weiterer Bestandteil dieses Forschungsvorhabens ist die Quantifizierung der Ad- und Kohäsionseigenschaften der gewonnenen Foulingsschicht in Abhängigkeit der modifizierten Oberfläche. Die Haftkraft des Molkeproteins auf den DLC-Oberflächen wird mit Hilfe des Fluid Dynamic Gauging (FDG) gemessen. Diese Methode ermöglicht die einfache Messung der Schichtdicke sowie der Ad- und Kohäsionskräfte weicher Schichten. Die Adhäsion von Einzelkristallen und Kristallclustern wird hingegen in einem Scanning Electron Microscope (SEM) mit Hilfe eines Mikromanipulators gemessen. In einer späteren Phase des Forschungsvorhabens sollen die aus den experimentellen Untersuchungen erlangten Erkenntnisse in eine modellhafte Beschreibung der Belagbildungsneigung einfließen. Dabei werden Nukleation, Kristallwachstum, Adhäsion von Proteinen und Salzen, die relevanten chemisch-funktionellen Gruppen sowie deren Konzentration und Verteilung berücksichtigt.

Dieses Projekt wird von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) finanziell gefördert und zusammen mit dem Institut für Oberflächentechnik (IOT) der TU Braunschweig bearbeitet.

4.1.3 Beeinflussung des Polymerisationsfoulings durch modifizierte Oberflächen

(Annika Hohlen, M. Sc.)

Polymerisationsreaktionen gehören zu den wichtigsten chemischen Reaktionen und sind zentraler Bestandteil der Kunststoffproduktion. Da es sich bei Polymerisationsreaktionen um exotherme Reaktionen handelt, muss während des Produktionsprozesses die frei werdende Wärme abgeführt werden. Durch den Temperaturunterschied zwischen der gekühlten Reaktorwand und dem heißen Polymer entstehen an der Reaktorwand Polymerablagerungen. Da diese Ablagerungen den Produktionsprozess negativ beeinflussen, ist es von großem Interesse, die Mechanismen des Polymerisationsfoulings zu verstehen, um Maßnahmen zur Minderung ergreifen zu können.

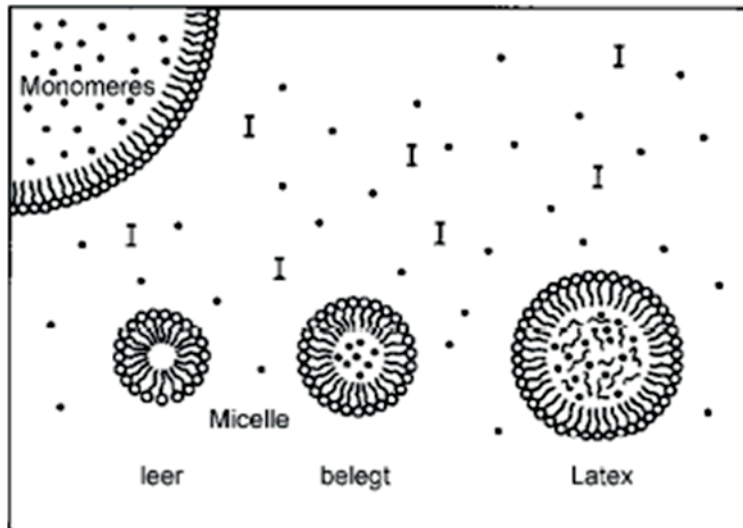


Abb. 4.4:
Schematische Darstellung
einer radikalischen Emul-
sionspolymerisation¹

Dazu wird im Rahmen eines Forschungsprojektes das Foulingverhalten sowohl von ruhenden Polymerdispersionen als auch das Foulingverhalten während einer aktiven, radikalischen Emulsionspolymerisation (siehe Abb. 4.4) auf gekühlten Oberflächen unter Strömungseinfluss untersucht.

Polymerfouling im Strömungskanal

Ein Teil des Forschungsziels ist es, das Fouling der Copolymerdispersion VINNAPAS (90 % Vinylacetat und 10 % Ethylen) auf einer gekühlten Oberfläche im Strömungskanal zu untersuchen. Das Polymer wird von der Wacker Chemie AG bereitgestellt. Die wärmeübertragende Oberfläche bildet hierbei eine Probenplatte aus Edelstahl von 20 x 80 mm. Diese wird auf der Produktseite mit einer warmen Polymerlösung überströmt und im Gegenstrom fluidisch gekühlt. Über Thermoelemente direkt hinter der Probenplatte wird der Temperaturverlauf bestimmt, woraus der flächengemittelte thermische Foulingwiderstand ermittelt wird.

Es werden verschiedene Parameter, wie die Feststoffkonzentration des Polymers, der abgeführte Wärmestrom und die Strömungsgeschwindigkeit, aber auch verschiedene Oberflächenmodifikationen variiert, um den Einfluss dieser Prozessparameter auf das Foulingverhalten zu ermitteln. An Oberflächenmodifikationen werden neben technisch glatten und elektropolierten Edelstahlplatten im wesentlichen amorphe Kohlenstoffbeschichtungen (DLC) untersucht, die teilweise mit Silicium und Sauerstoff (SICON und SICAN) dotiert sind. Diese wurden vom Fraunhofer Institut für Schicht- und Oberflächentechnik bereitgestellt.

Das Polymerfouling auf gekühlten Oberflächen führt zu einer dünnen, gleichmäßigen Ablagerung auf den Probenplatten. Der Foulingvorgang beginnt sofort nach Versuchsbeginn, eine Induktionsphase, wie sie z.B. aus dem Kristallisationsfouling bekannt ist, ist nicht zu erkennen. In den meisten Fällen kommt es in den ersten 20 Minuten zu einem starken Anstieg des Foulingwiderstandes, anschließend steigt

¹ Lechner, M.D. et al (1993) Makromolekulare Chemie, Birkhäuser Verlag

der Foulingwiderstand nur noch sehr wenig an und zeigt einen nahezu asymptotischen Verlauf.

Etablierung einer stabilen Polymerisationsreaktion

Neben der ruhenden Polymerdispersion soll auch eine aktive Polymerisationsreaktion untersucht werden. Dazu wird zunächst eine stabile, reproduzierbare Polymerisationsreaktion im Labormaßstab etabliert. Als Modellsystem wird ein Copolymer aus Vinylacetat und VeoVa10 nach einer Rezeptur der Firma Wacker Chemie AG verwendet. Der Versuchsaufbau, siehe Abb. 4.5, besteht im Wesentlichen aus einem fluidisch gekühlten 5 L Reaktor mit Doppelmantel, in welchen mit Hilfe von Dosierpumpen das Monomer sowie die Initiatoren zu dosiert werden können. Überprüft bzw. kontrolliert wird der Reaktionsverlauf über die Reaktortemperatur, welche online mittels Thermoelement über die Versuchszeit aufgenommen wird.

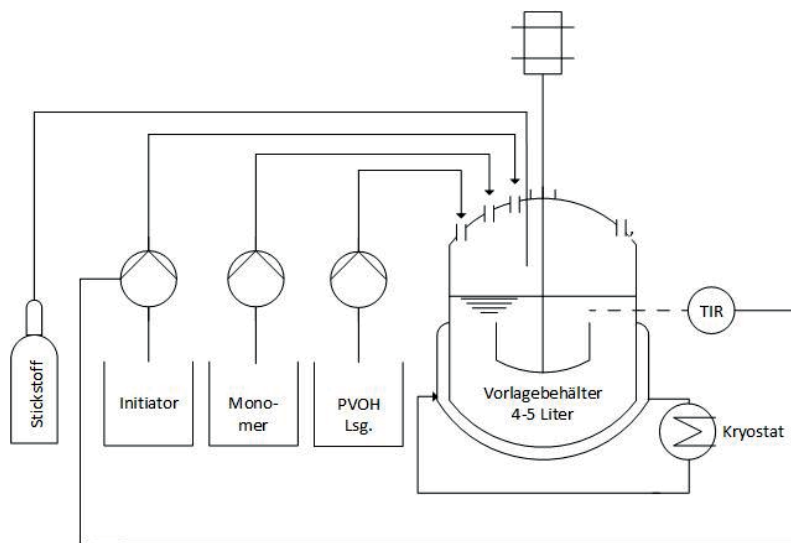


Abb. 4.5: Versuchsaufbau: Reaktor Polymerisationsreaktion

Zu Versuchsbeginn werden das Monomergemisch, eine wässrige Polyvinylalkohollösung sowie Ascorbinsäure vorgelegt, der Reaktor wird mit Stickstoff inertisiert und die Vorlage temperiert. Anschließend wird die Reaktion über die Zugabe des Initiators tert-Butylhydroperoxid (TBHP) gestartet. Der Reaktionsstart ist hierbei deutlich an einem Temperatursprung zu erkennen. Nach Reaktionsstart wird über die weitere Zugabe von Initiator und Monomergemisch durch einen definierten Volumenstrom ein gewünschtes Umsatzprofil vorgegeben. Dieses kann während der Versuchszeit über den Feststoffgehalt überprüft werden. Damit sichergestellt werden kann, dass alle Reaktionspartner abreagiert sind und eine konstante Produktqualität gewährleistet wird, werden nach Versuchsende der Feststoffgehalt, die Partikelgröße sowie die Viskosität gemessen.

Polymerisationsfouling im Spinning Disc Apparatus (SDA)

Nachdem eine stabile, reproduzierbare Reaktion etabliert ist, wird in den Deckel des Reaktors ein SDA integriert, mit dessen Hilfe das Fouling des reagierenden Polymeres auf gekühlten Oberflächen untersucht wird. Der SDA besteht aus einem rotierenden, mit Kühlmittel durchflossenen Zylinder, der ca. 1 cm in die Polymerdispersion eingetaucht wird. Das Fouling tritt auf der Unterseite des Zylinders auf einer

runden Platte auf. Der zeitliche Verlauf des thermischen Foulingwiderstandes wird mit Hilfe von Wärmestrom- und Temperatursensoren erfasst. Über die Rotationsgeschwindigkeit kann der Einfluss der Strömungsgeschwindigkeit auf die Foulingbildung simuliert werden. Der Vorteil hierbei ist, dass über den Kreisradius während eines Versuchs verschiedene Strömungsgeschwindigkeiten gleichzeitig abgebildet werden können. Dieses Teilprojekt dient zum einen dazu, den SDA als Screening-Anlage für die Untersuchung von Polymerisationsfouling zu etablieren und zum anderen, die zu untersuchenden Beschichtungen auf die wirksamsten einzugrenzen. Die zu variierenden Versuchsparameter sind mit den im zuvor beschriebenen Versuch identisch.

Polymerisationsfouling im Strömungskanal

Analog zu den Versuchen mit dem SDA soll das Polymerisationsfouling auch im Strömungskanal untersucht werden. Dazu wird der im ersten Abschnitt beschriebene Strömungskanal mit dem Polymerisationsreaktor kombiniert. Das polymerisierende Gemisch wird dann über eine Pumpe durch den gekühlten Strömungskanal gefördert. Neben der technisch glatten und der elektroplierten Edelstahlplatte werden in diesem Teil nur noch die zuvor als am wirksamsten identifizierten Beschichtungen untersucht. Diese Versuche werden als Methodenvergleich zwischen Polymerisationsfouling im SDA und im Strömungskanal herangezogen. Ziel ist die Bewertung der Aussagekraft des SDA im Vergleich zum Strömungskanal. Entsprechend zu den zuvor beschriebenen Versuchen werden auch hier die gleichen Parameter variiert.

Das Forschungsprojekt der Forschungs-Gesellschaft Verfahrens-Technik e.V. (GVT) wird über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung und –entwicklung (IGF) vom Bundesministerium aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

4.1.4 Wirkmechanismen des Partikelfouling auf strukturierten wärmeübertragenden Oberflächen

(Hannes Deponte, M. Sc.)

Die Übertragung thermischer Energie stellt eine der wichtigsten Grundoperationen nahezu jedes industriellen Prozesses dar. Aufgrund der weiten Verbreitung und der Unverzichtbarkeit wurde eine Vielzahl von Wärmeübertragern entwickelt. Eine Möglichkeit der Effizienzsteigerung wird durch das Einbringen von strukturierten Oberflächen wie z.B. Dellen oder Rippen auf der wärmeübertragenden Oberfläche erzielt. Die Strukturierung vergrößert die wärmeübertragende Fläche und führt zur Intensivierung der Turbulenzen in Wandnähe. Beides erhöht den Wärmeübergang. Mit der Steigerung der Wärmeübertragung nehmen die Strömungsverluste nur im geringen Ausmaß zu.

Aus vorangegangenen Untersuchungen ist bereits bekannt, dass sich in sphärischen Dellen, abhängig von der Reynoldszahl, asymmetrische Wirbelstrukturen bilden, die periodisch um den Winkel $\pm 45^\circ$ zur Hauptstromrichtung schwanken, siehe Abb. 4.6. Das aufgeheizte Fluid wird ständig aus der Delle transportiert, sodass sich der Wärmeübergang bei optimalem Verhältnis von Dellentiefe zu Dellendurchmesser im Vergleich zur ebenen Oberfläche verdoppeln lässt.

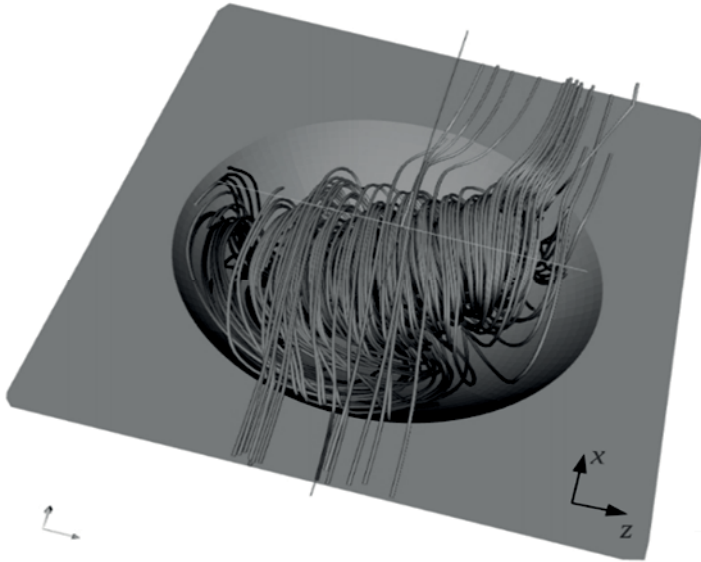


Abb. 4.6:
Wirbelstruktur in einer
sphärischen Delle

Partikelfouling

Mit der Strukturierung der wärmeübertragenden Oberfläche wird auch die Ablagerung von suspendierten Partikeln aus dem Fluid begünstigt. Das sogenannte Partikelfouling ist eine der häufigsten Ursachen für Belagbildungsprobleme an wärmeübertragenden Oberflächen. Durch die Ablagerung der im jeweiligen Fluid suspendierten Partikeln vermindert sich der Wärmedurchgang. Die sich ablagernden Partikel sind z.B. Sand-, Schlamm- oder Rostpartikel.

Während kleinere Partikel dem konvektiven Massentransport folgen und die Einflüsse der Brownschen Molekularbewegung und der Diffusion (einschließlich Thermophorese) erfahren, lässt sich die Transportrate größerer Partikel vorwiegend durch ihre Sedimentation und Trägheit beschreiben. Für die Haftung der Partikel an der wärmeübertragenden Wand gibt es in der Literatur unzählige Modelle. Einer der bekanntesten Ansätze ist das Modell nach Derjaguin, Landau, Verwey und Overbeek (DLVO), das die Adhäsion als Summe der van-der-Waals-Energie und der elektrostatischen Energie definiert. Entgegen dazu werden Partikel aus der Foulingsschicht abgetragen, wenn die Haftkräfte überwunden werden. Dies geschieht durch die einwirkende Schubspannung durch das strömende Fluid und auftreffende Partikeln. Diese Mechanismen werden im „burst-Modell“ von Cleaver und Yates beschrieben.

In Kooperation mit dem Lehrstuhl für Modellierung und Simulation (LeMoS) der Universität Rostock soll untersucht werden, ob die Wirbelstrukturen in den Dellen

zur Selbstreinigung der Oberfläche führen und damit die aus abgelagerten Partikeln bestehende Foulingschicht abgetragen wird. Der resultierende Erkenntnisgewinn soll zu einer verbesserten Einschätzung hinsichtlich der Eignung von strukturierten Wärmeübertragungsoberflächen führen, die sowohl den Druckverlust und Wärmeübergang als auch die Foulingwahrscheinlichkeit berücksichtigt.

Zur experimentellen Untersuchung wird ein Versuchsstand aufgebaut. Durch den partikulären Feststoff im Fluid muss die Anlage entsprechend robust gegenüber Ab-
rasion ausgelegt sein. Dazu gehören z.B. ein Durchflussmesser mit großem freien Querschnitt und Keramikauskleidung sowie eine Exzentrerschneckenpumpe mit hartchrombeschichtetem Rotor und einem Stator aus Nitrilkautschuk. Die eingesetzten Partikel haben eine enge Korngrößenverteilung (annähernd monodispers) mit unterschiedlicher Dichte, wie z.B. sphärische Glaspartikel und Titandioxid. Die mittlere Partikelgröße beträgt ungefähr $1\ \mu\text{m}$ bzw. $20\ \mu\text{m}$. Die Partikel werden in Wasser mit Ultraschall desagglomeriert und in einem 300 l-Vorlagebehälter mit einem Scheibenrührer dispergiert. Mit Hilfe der frequenzgesteuerten Pumpe wird die Suspension durch die Messstrecke in einen zweiten baugleichen Behälter gefördert. Durch entsprechende Ventilschaltung können die Behälter alternierend als Vorlage- und Auffangbehälter betrieben werden. Die Messstrecke besteht aus einem für diese Zwecke entworfenen Kanal, der aus drei Segmenten besteht, dem Einlaufkanal ($\sim 300\ \text{mm}$), dem Messkanal ($\sim 500\ \text{mm}$) und dem Auslaufkanal ($\sim 150\ \text{mm}$), siehe Abb. 4.7. Ein- und Auslaufkanal dienen dazu, das Strömungsprofil und die Temperaturgrenzschicht im Messkanal vollständig auszubilden.

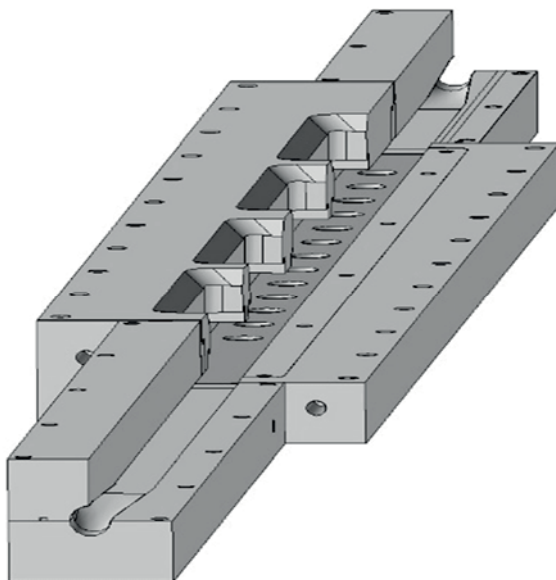


Abb. 4.7:
Schnittdarstellung des
Foulingkanals mit einge-
legter Dellenplatte

In den Messkanal wird die 500 mm lange Dellenplatte eingesetzt. Die Dellen haben zum einen das für den Wärmedurchgang optimale Verhältnis von Tiefe zu Durchmesser von $T/D = 0,26$, ab dem die Bildung der Wirbelstrukturen zu beobachten ist und zum anderen das Verhältnis $T/D = 0,35$. Der Dellendurchmesser beträgt ca. 10 mm. Es wird jeweils die einzelne Delle untersucht und eine Reihe aus Dellen mit einem Abstand der Dellenmittelpunkte von 30 mm. Die erste Delle wird nach

100 mm aufgebracht, sodass sich eine Dellenanzahl von maximal 13 für die Dellenreihe ergibt. Als Referenz wird die ebene Platte herangezogen.

Untersucht wird der isotherme Fall, bei dem der Kanal nicht beheizt ist und das Fluid auf 30°C temperiert wird. Folgend wird der Kanal beheizt, sodass sich Oberflächentemperaturen von 50°C bzw. 80°C ergeben. Diese Versuche ermöglichen, im Vergleich zu den vorangegangenen Versuchen, Aussagen über den thermischen Einfluss, wie z.B. die Thermophorese. Der Einfluss der Schwerkraft auf die Sedimentation der Partikel wird untersucht, indem der Kanal in eine senkrechte Position gebracht wird.

Analytik

Unterschieden wird in Offline- und Onlineanalytik. Zur Offlineanalytik zählt z.B. die Messung der Partikelgröße mit dem Laserbeugungsspektrometer, die Messung des Zetapotentials zur Charakterisierung der Partikel und die Messung der spezifischen freien Oberflächenenergie mit dem Drop Shape Analyzer (DSA) mit entsprechendem Modul für Vertiefungen, dem Top View Analyzer (TVA). Letztere beide Messgrößen dienen der Bestimmung von Wechselwirkungen zwischen Partikeln und Oberfläche. Zur Onlineanalytik zählt neben der Ermittlung des integralen thermischen Foulingwiderstandes über die Messung der Temperaturen am Ein- und Austritt des Kanals und des hydrodynamischen Foulingwiderstandes über den Druckverlust auch die Analyse der lokalen Foulingschichten. Qualitativ wird die Foulingschicht über ein Digitalmikroskop beschrieben. Mit der Local Phosphorescence Detection (LPD) werden Rückschlüsse auf die Masse der Schicht gezogen. Dazu werden phosphoreszierende Partikel eingesetzt, über deren Emissionsintensität nach definierter Bestrahlung durch entsprechende Kalibrierung die Masse bestimmt wird. Neben der Foulingschicht sollen auch die Wirbelstrukturen in den Dellen mit der Micro Particle Image Velocimetry (μ PIV) detektiert werden. Das μ PIV misst die Geschwindigkeitsfelder in der Strömungen im Mikrometerbereich. Ein Nd:YAG Laser regt die der Strömung zugegebenen fluoreszierende Partikeln an und aus kurz hintereinander aufgenommenen Bildern mit einer Hochgeschwindigkeitskamera werden die Stromlinien berechnet.

Dieses Projekt wird durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) gefördert und in Kooperation mit dem Lehrstuhl für Modellierung und Simulation (LeMoS) der Universität Rostock durchgeführt.

4.1.5 Verringerung von (Bio-)Fouling auf Membranen

(Dipl.-Ing. Nathalie Gottschalk)

Die größten Herausforderungen bei der Verwendung von Membranen zur Trinkwasseraufbereitung sind die Foulingbildung und die Abreinigung der entstandenen Ablagerungen. Die Anlagerung von Partikeln in und auf der Membran führt zu einer

schnellen Abnahme des Durchflusses durch die Membran und damit zu einer geringeren Produktivität der Anlage. Wird der Permeatfluss sehr gering, muss die Membran ausgetauscht oder gereinigt werden, was häufig mit einem hohen Chemikalien-, Energie- und Wassereinsatz einhergeht. Daher werden in dem Projekt POMACEA gemeinsam mit europäischen und indischen Partnern Konzepte zur Foulingminderung und verbesserten Membranreinigung entwickelt.

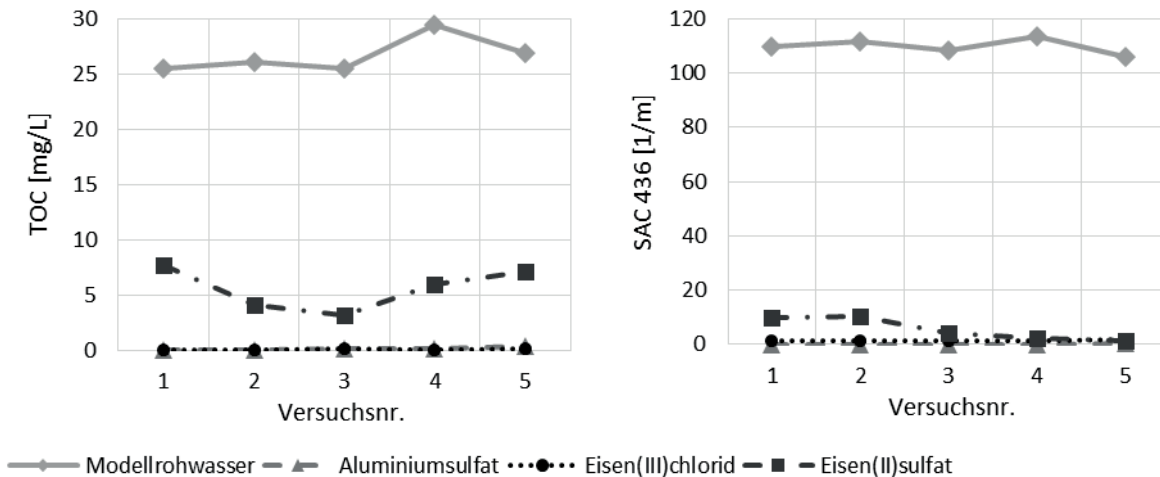
Flockung zur Vorbehandlung des Rohwassers

Eine Möglichkeit, die Foulingbildung zu reduzieren, ist die Vorbehandlung des Rohwassers zur Entfernung der Substanzen, die das Fouling besonders stark begünstigen. Dazu zählen neben ungelösten Partikeln (z.B. Staub) auch anorganische (z.B. Eisen- und Mangansalze) und organische gelöste Inhaltsstoffe (z.B. Huminsäure, Proteine).

Bei der Flockung werden dem Rohwasser sogenannte Flockungsmittel (meist hydrolysierende Eisen- oder Aluminiumsalze) zugesetzt. Nach intensiver Durchmischung und der folgenden Flockungsphase können die entstandenen Flocken durch Sedimentation abgetrennt werden. Die positive Ladung der Flockungsmittel begünstigt dabei die Destabilisierung und Koagulation der kolloidal gelösten Wasserinhaltsstoffe, die in der Regel nach außen hin negativ geladen sind. Die koagulierten Teilchen bilden anschließend mit Hilfe der Flockungsmittel größere Agglomerate und letztlich Flocken, die schnell sedimentieren können.

Zur Bewertung unterschiedlicher Flockungsmittel und Bestimmung der notwendigen Konzentrationen wurde zunächst ein geeignetes Modellrohwasser zur Simulation eines indischen Grundwassers entwickelt. Die Herstellung erfolgte durch Zugabe von Natriumchlorid, Huminsäure Natriumsalz und Arizona-Staub zu deionisiertem Wasser. Das hergestellte Modellrohwasser hat einen pH-Wert von 7,5 und eine Leitfähigkeit von 3 mS/cm. Der Gehalt an organischem Kohlenstoff (TOC) ist 26,7 mg/L und der spektrale Absorptionskoeffizient bei 436 nm beträgt 110 m^{-1} .

Als Flockungsmittel wurden Aluminiumsulfat $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, Eisen(III)chlorid FeCl_3 und Eisen(II)sulfat FeSO_4 untersucht. Vom vorbehandelten Trinkwasser wurden nach der Flockung und Sedimentation der pH-Wert, die Leitfähigkeit, der TOC und der SAC 436 bestimmt und zur Bewertung des Vorbehandlungserfolgs verglichen. Sowohl der TOC als auch der SAC 436 konnten mit allen drei Flockungsmitteln im Verhältnis zum Rohwasser signifikant reduziert werden, siehe Abb. 4.8. Nach der Flockung mit Aluminiumsulfat und Eisen(III)chlorid liegen bei allen Konzentrationen die TOC unter 0,4 mg/L und die SAC 436 unter 2 m^{-1} . Damit sind diese Flockungsmittel gut zur Vorbehandlung geeignet. Im Gegensatz dazu zeigte Eisen(II)sulfat bei den verwendeten Konzentrationen eine deutlich geringere Reduzierung der beiden Parameter und die Verwendung zur Vorbehandlung ist damit weniger vielversprechend.



Nr.	Al ₂ (SO ₄) ₃	FeCl ₃	FeSO ₄
1	0,07500 g/L	0,04500 g/L	0,04500 g/L
2	0,11875 g/L	0,05625 g/L	0,05625 g/L
3	0,16250 g/L	0,06750 g/L	0,06750 g/L
4	0,20625 g/L	0,07875 g/L	0,07875 g/L
5	0,25000 g/L	0,09000 g/L	0,09000 g/L

Abb. 4.8: TOC und SAC 436 des Rohwassers und der vorbehandelten Wässer nach Flockung und Sedimentation

Allerdings wird beobachtet, dass sich überschüssiges Flockungsmittel in den Lösungen zu stabilen Komplexen zusammenlagert, die zu einer Absenkung des pH-Wertes führen. Durch die Flockung mit Aluminiumsulfat wurde der pH-Wert beispielsweise von 7,5 auf 4,3 bis 3,9 je nach verwendeter Konzentration abgesenkt. Eine noch stärkere Absenkung des pH-Wertes zeigte sich bei der Verwendung von Eisen(III)chlorid. Hier wurden pH-Werte von 3,8 bis 3 erreicht. Lediglich bei der Flockung mit Eisen(II)sulfat fiel der pH-Wert weniger stark auf 5,4 bis 5. Da ein Wasser mit einem solch geringen pH-Wert nicht als Trinkwasser geeignet ist, verdeutlichen diese Ergebnisse, dass die untersuchten Konzentrationen an Flockungsmitteln noch zu hoch waren und weitere Versuche notwendig sind.

Membranfoulingkanal

Für die Foulinguntersuchungen auf Membranen wurde ein neuer Foulingkanal (siehe Abb. 4.9) gebaut, der einen flexiblen Einbau unterschiedlicher Membranen und Spacer ermöglicht. Zum Ausgleich der unterschiedlichen Dicken der Membranen und Spacer dient dabei ein leicht zu fertigender austauschbarer Kunststoffeinsatz. Der Kanal wird über eine Pumpe aus einem Vorratsbehälter gespeist und kann mit Hilfe von zwei Ventilen sowohl als Durchflusszelle ohne Permeatfluss, als Dead-End- oder Cross-Flow-Filtration betrieben werden. Das gewonnene Permeat

und Retentat kann entweder in den Vorratsbehälter zurückgeführt oder zur Durchführung der Wasseranalytik getrennt aufgefangen werden. Die Foulingsschichten können nach den Versuchen entnommen und extern beispielsweise mittels energie-dispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) untersucht werden.

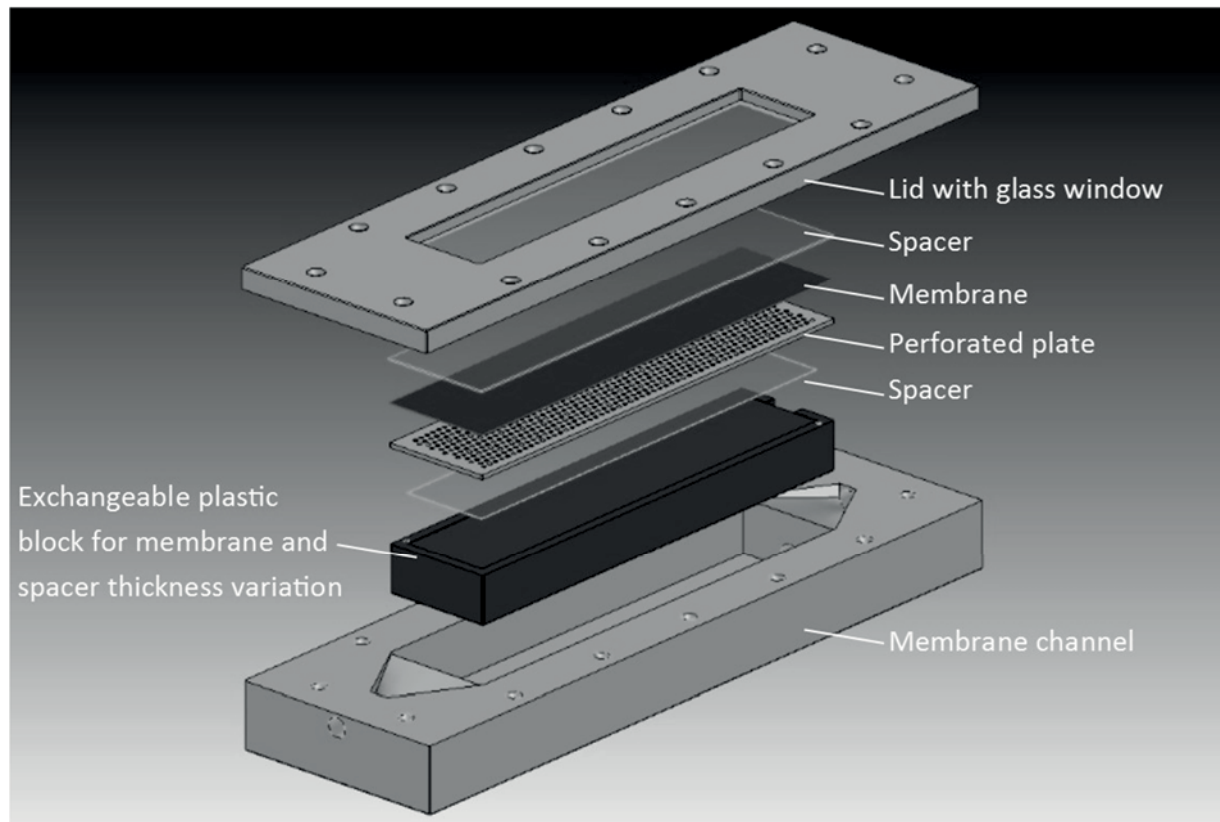


Abb. 4.9: Membranfoulingkanal mit austauschbarem Kunststoffblock zur Variation der Membran- und Spacerdicke

Für die Durchführung von Reinigungsuntersuchungen soll der Membrankanal noch um einen zusätzlichen Deckel mit eingebautem Fluid Dynamic Gauging ergänzt werden. Dieser Aufbau ermöglicht dann die Bestimmung der abgelagerten Schichtdicke auf der Membran und den Foulingabtrag. Im weiteren Projektverlauf sollen darüber hinaus auch innovative Verfahren, wie pulsierende Strömungen und Ultraschall, für die Reinigung von Membranen untersucht werden.

POMACEA ist ein internationales Gemeinschaftsprojekt im Rahmen des Inno Indigo Programms gefördert durch das Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF).

4.1.6 Abreinigung von Biofouling

(Janina Grimm, M. Sc.)

Biofouling ist die unerwünschte Adhäsion von Mikroorganismen an technische Oberflächen. Die Mikroorganismen bilden dabei eine Matrix aus extrazellulären polymeren Substanzen (EPS), die sowohl als Speicher für Wasser und Nährstoffe als auch als Schutzbarriere gegen Umwelteinflüsse und Biozide dient, wodurch eine Reinigung erschwert wird.

Zur Untersuchung von Biofilmen wurde eine Versuchsanlage aufgebaut, in der reproduzierbar Biofilme in einem Strömungskanal erzeugt werden können. Dies dient der Anwendung, Charakterisierung und Bewertung von alternativen Reinigungs- und Desinfektionsmethoden. Kernstück der Versuchsanlage ist ein neu konstruierter Strömungskanal (siehe Abb. 4.10), der von dem biologischen Medium aus einem Bioreaktor kontinuierlich im Kreislauf durchströmt wird. Der Strömungskanal hat auf der Oberseite einen optischen Zugang und wird von der Unterseite elektrisch beheizt, was eine Bestimmung des Biofilmwachstums durch die gemessene Verschlechterung des Wärmeübergangs, bzw. der daraus resultierenden Zunahme des Foulingwiderstandes, ermöglicht. Mittels Onlinemessung des Foulingwiderstandes an acht Positionen unterhalb der Probeplatten entlang des 100 mm langen Kanals wurde das Wachstum von *pseudomonas fluorescens* und Biofilmen aus Trinkwasser untersucht, siehe Abb. 4.11 unten. Aus den visuellen Betrachtungen konnte festgestellt werden, dass ein Foulingwiderstand detektierbar ist sobald sich aus Kolonien von Mikroorganismen ein Biofilm bildet.

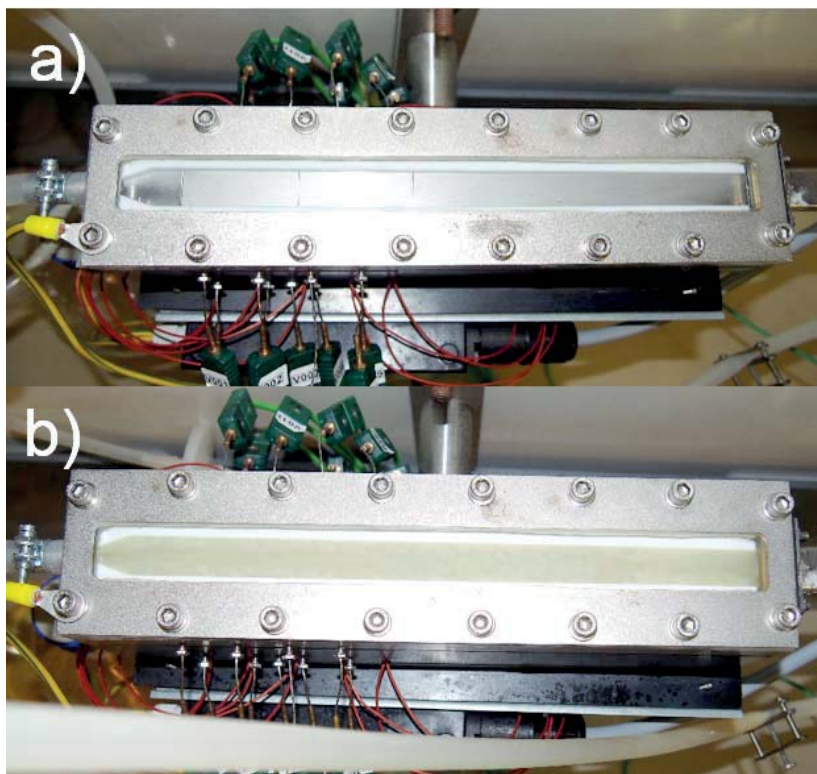


Abb. 4.10: Strömungskanal a) ohne und b) mit Biofilm

Der Anstieg der Biofilmdicke ebenso wie die Abtragung werden sehr gut durch die Zu- bzw. Abnahme des thermischen Foulingwiderstandes abgebildet. Erste Ergebnisse zeigen nicht den typischen negativen Foulingwiderstand in der Induktionsphase, der z.B. beim Kristallisationsfouling durch die zunehmende Rauheit und die damit verbundene erhöhte Turbulenz hervorgerufen wird. Dies lässt den Schluss zu, dass die Kolonien von Mikroorganismen die Rauheit nicht signifikant beeinflussen.

Des Weiteren können Reinigungsexperimente online beobachtet werden. Das Spülen des Strömungskanal mit Natriumhypochlorid, dargestellt in Abb. 4.11 oben, zeigt einen kurzen Anstieg des Foulingwiderstandes aufgrund des Umschaltprozesses und dann einen Abfall aufgrund des Biofilmabtrages. Eine vollständige Ablösung des Biofilms ist nicht zu beobachten, allerdings auch kein erneutes Wachstum im untersuchten Zeitraum.

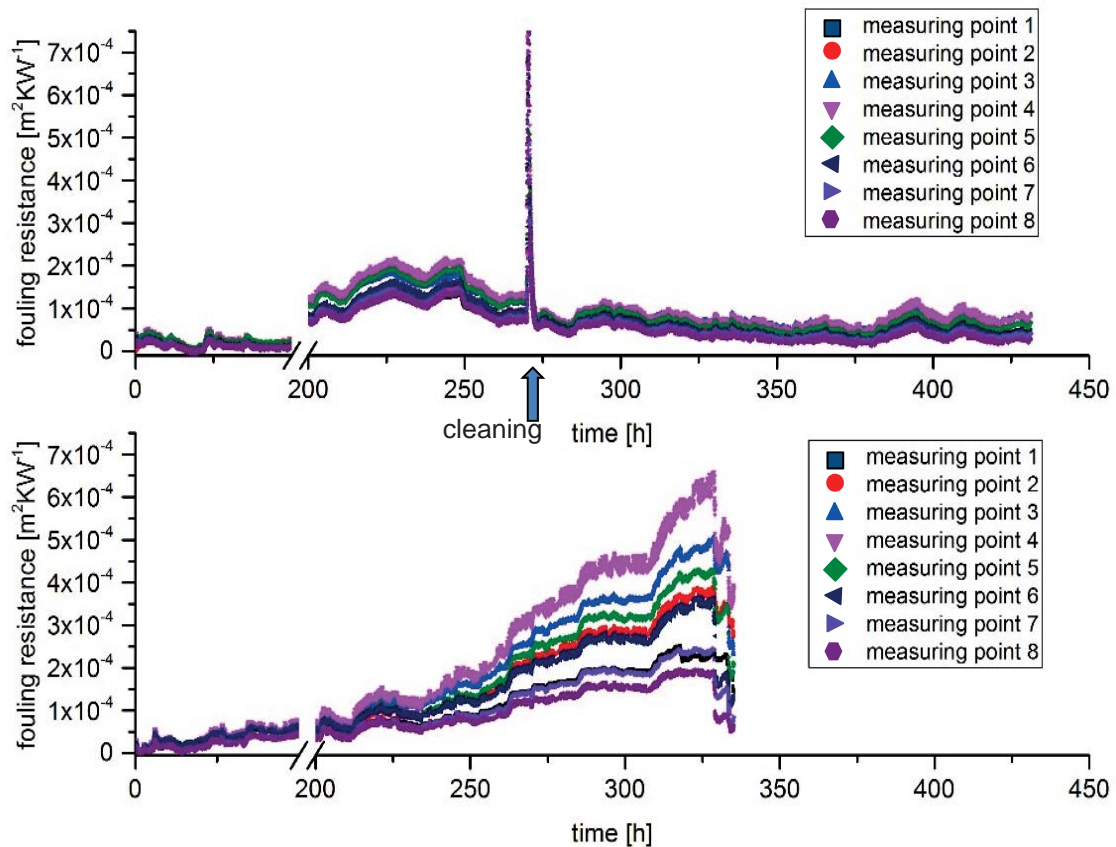


Abb. 4.11: Foulingkurven von Biofilmen aus Trinkwasser während der Reinigung mit Natriumhypochlorid (oben; 100 ppm freies Chlor) verglichen mit Foulingkurven ohne Reinigung (unten)

Das Projekt wurde teilweise im Verbundprojekt „SusClean - Sustainable Cleaning and Disinfection in Fresh-Cut Food Industries“ durch die Europäische Kommission innerhalb des 7. EU-Forschungsrahmenprogramms gefördert.

4.1.7 Optimierung von Reinigungsprozessen mittels dimensionsloser prozessbeschreibender Kennzahlen

(Dipl.-Ing. Nathalie Gottschalk)

Die Reinigungsprozesse in der Lebensmittelindustrie sind aufgrund der hohen Anforderungen an Hygiene und Produktsicherheit in der Regel überdimensioniert, d.h. es wird „zu lange, zu heiß und zu intensiv“ gereinigt. Somit weisen gerade Reinigungsprozesse ein erhebliches Optimierungspotential zur Steigerung der Wirtschaftlichkeit und Ressourceneffizienz auf. Die Durchführung umfangreicher Untersuchungen zum Reinigungsverhalten der auftretenden Verschmutzungen ist jedoch häufig sehr zeit- und kostenintensiv. Aus diesem Grund sollen dimensionslose Reinigungskenngrößen entwickelt werden, die eine Optimierung des Prozesses auf Basis der Ergebnisse verhältnismäßig leicht und schnell durchzuführender Labormessmethoden ermöglichen. Ziel des Projektes ist unter anderem die Detektion geeigneter Labormessmethoden, um die reinigungsrelevanten Verschmutzungseigenschaften, wie beispielsweise Quell- und Ablöseverhalten, zu ermitteln.

Fluid Dynamic Gauging (FDG)

Die Labormessmethode FDG ist im Wesentlichen ein Verfahren zur präzisen berührungslosen Abstandsmessung in fluidischer Umgebung. Das Messprinzip beruht auf einer Düse, die nahe über der im Fluid befindlichen Foulingschicht positioniert wird, siehe Abb. 4.12. Über einen konstanten hydrostatischen Druckunterschied wird Flüssigkeit durch die Düse abgesaugt und der hervorgerufene Massenstrom erfasst. Der Massenstrom ist dabei proportional zum Abstand zwischen Düse und Foulingschicht (h), wodurch dann die Schichtdicke ermittelt werden kann. Dies ermöglicht unter anderem die Bestimmung der Schichtdickenänderung über der Zeit, die durch Quell- und Auflösprozesse verursacht wird. Die Messung kann dabei in unterschiedlichen Reinigungsmitteln und bei verschiedenen Temperaturen unter stationären Bedingungen durchgeführt werden.

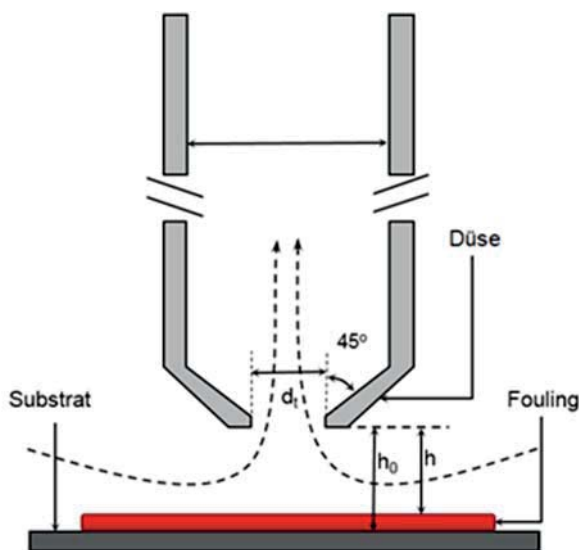


Abb. 4.12:
Schematische Darstellung einer
FDG-Düse

Bei der Untersuchung von Modellverschmutzungen wurden vier unterschiedliche charakteristische Schichtdickenverläufe identifiziert, siehe Abb. 4.13. Die vier Typen traten in Abhängigkeit der Modellverschmutzung (Gelatine, Eigelb und Stärke), der Natronlauge-Konzentration ($c = 0...3\%$) und der Reinigungsmitteltemperaturen ($T = 10...50^\circ\text{C}$) auf. Typ A weist eine reine Quellung auf, während Typ B nach einer starken Quellung eine langsame Abnahme zeigt. Bei Typ C kommt es nach einer kurzen Quellung zu einem signifikanten Abtrag und Typ D zeigt eine sofortige Abnahme der Schichtdicke. Die Abnahme der Schichtdicke beruht auf Auflösprozessen, die unter anderem durch das Kohäsionsversagen der Verschmutzung verursacht werden.

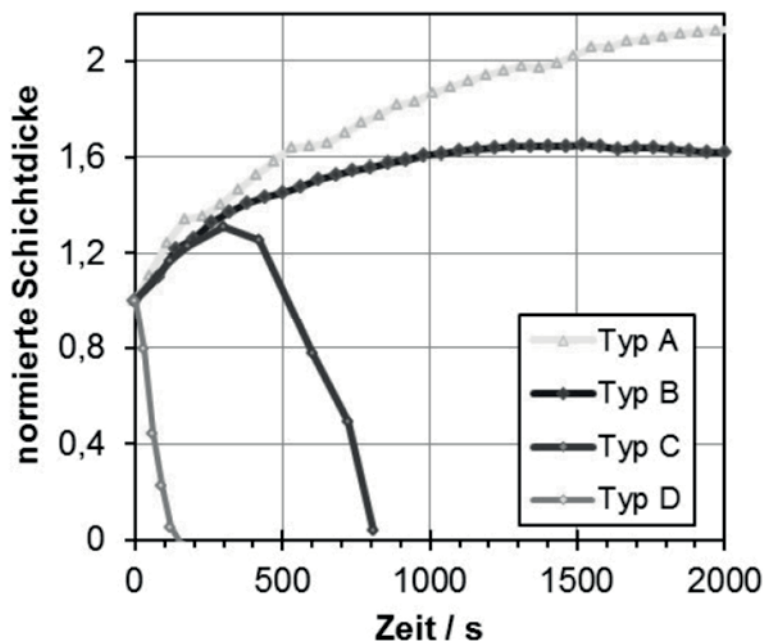


Abb. 4.13:
Charakteristische
Schichtdickenverläufe
von Lebensmittelmodell-
systemen

Gelatineschichten zeigen beispielsweise eine starke Temperaturabhängigkeit. Bei Temperaturen unter 26°C tritt je nach NaOH-Konzentration Typ A (reines Wasser, $c = 0\%$) und Typ B (z.B. bei $c = 3\%$) auf. Bei 26°C tritt unabhängig von der Natronlaugekonzentration immer Typ C auf, während bei höheren Temperaturen (z.B. $T = 50^\circ\text{C}$) nur noch Typ D vorkommt. Diese Erkenntnisse lassen sich mit der Schmelztemperatur von Gelatine ($T_s = 36,6^\circ\text{C}$) erklären, wobei die Verflüssigung bereits ab ca. 25°C einsetzt. Durch diese Verflüssigung wird der Abtrag durch das FDG wesentlich beschleunigt, was sich auch auf Reinigungsprozesse positiv auswirken würde. Entscheidend für den Reinigungserfolg von Gelatineschichten ist also vermutlich vor allem die Reinigungstemperatur und weniger die NaOH-Konzentration.

Rheologische Untersuchungen

Der Einfluss der Quellung auf die mechanische Stabilität der Modellverschmutzungsschichten wurde im Rheometer (Physica MCR 101, Anton Paar) mittels

Amplitudentest untersucht. Dazu wurden die viskoelastischen Materialeigenschaften der Modellsysteme in Abhängigkeit von Quelltemperatur und -zeit bestimmt. Die irreversible Zerstörung der Gelstruktur kann aus der Änderung des Speichermoduls bei einer kritischen Schubspannung ermittelt werden. Bis zu dieser Schubspannung findet lediglich eine elastische Verformung des Gels statt. Für einen mechanischen Abtrag der Verschmutzungsschicht bei der Reinigung ist allerdings eine Zerstörung der Gelstruktur notwendig.

In Abb. 4.14 ist beispielhaft der Einfluss der Quellzeit und der Quelltemperatur auf die Stabilität eines Stärkegels (C*Tex-Instant 12616, Cargill) nach Quellung in reinem Wasser dargestellt. Die notwendige kritische Schubspannung zur Zerstörung des Gels sinkt sowohl mit zunehmender Quellzeit als auch mit steigender Temperatur, wobei die Quellzeit einen größeren Einfluss auf die Schichtstabilität besitzt als die Temperatur.

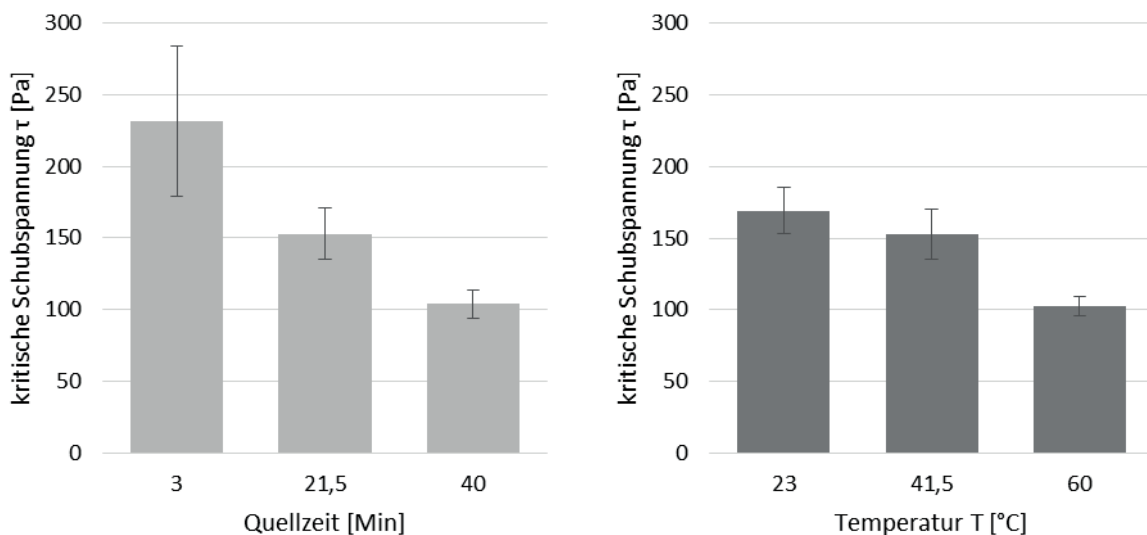


Abb. 4.14: Einfluss von Quellzeit (links: bei $T_{\text{Quell}} = 41,5 \text{ } ^\circ\text{C}$) und Quelltemperatur (rechts: bei $t_{\text{Quell}} = 21,5 \text{ Min}$) auf die kritische Schubspannung zur irreversiblen Deformation eines Stärkegels

Für die Auslegung von Reinigungsprozessen ist auch von Bedeutung, dass die kritischen Schubspannungen nach einer Quellung bei $41,5 \text{ } ^\circ\text{C}$ für 40 Minuten und einer Quellung bei $60 \text{ } ^\circ\text{C}$ für 21,5 Minuten gleich groß sind. Damit können zur Verbesserung des Reinigungsergebnisses sowohl die Quellzeit als auch die Temperatur erhöht werden. Zudem bestätigt dieses Ergebnis die in der Reinigung gängige Theorie des Sinner'schen Kreises, wonach bei Reduzierung eines Reinigungsparameters zum Erreichen des gleichen Reinigungsergebnisses ein anderer erhöht werden muss. Zu den relevanten Reinigungsparametern zählen, neben weiteren Eigenschaften der Verschmutzung, des Reinigungsgutes und der Reinigungslösung, auch die Temperatur und die Einwirkzeit der Reinigungslösung.

Das Forschungsprojekt der Forschungsvereinigung Industrievereinigung für Lebensmitteltechnologie und Verpackung e.V. wird in Kooperation mit dem Institut für Verarbeitungsmaschinen und Mobile Arbeitsmaschinen der TU Dresden über die AiF im Rahmen des Programmes zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung und –entwicklung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

4.1.8 Effektive Reinigung von Wärmeübertragern mittels Complex-® Impulsspülverfahren

(Dipl.-Ing. Florian Schlüter)

Das Complex-®-Impulsspülverfahren der Fa. Hammann GmbH ist erfolgreich bei der Reinigung von kommunalen Trinkwasserleitungen etabliert. Im Rahmen eines ZIM-Kooperationsprojektes sollte es für die Reinigung von Plattenwärmeübertragern weiterentwickelt werden, um diese im ungeöffneten Zustand effizient und chemikalienfrei reinigen zu können. Das Reinigungsprinzip beruht auf einer pulsierenden Luft-Wasser-Strömung mit hohen Fließgeschwindigkeiten, wodurch große Schubspannungen an den Wärmeübertrageroberflächen entstehen und Mobilisierung sowie Austrag von Ablagerungen ermöglichen.

Um den Einsatzbereich des Spülverfahrens zu untersuchen, wurde von der Fa. Hammann GmbH ein Reinigungsteststand für Plattenwärmeübertrager gebaut. Zudem wurden zur Verwendung in den Reinigungsversuchen verschiedene Modellbeläge mit unterschiedlichen strukturellen Eigenschaften entwickelt. Um die Beläge zu charakterisieren wurden in erster Linie das Fluid Dynamic Gauging zur Bestimmung der Kohäsions- und Adhäsionskraft sowie der TA.XTplus Texture Analyser (Stable Micro Systems Ltd., UK) zur Bestimmung der Festigkeit eines Modellsystems verwendet. Einzig kristalline CaSO_4 -Ablagerungen konnten aufgrund ihrer besonderen Härte nicht mit diesen Methoden untersucht werden. In Abb. 4.15 ist eine der Charakterisierung zu Grunde liegende Einteilung der im Projekt verwendeten Modellverschmutzungen in eine Vierquadrantenmatrix zu sehen. Neben der harten Calciumsulfatschicht wird unterschieden in das weiche und adhäsiv versagende Agar-Agar Hydrogel und zwei Varianten eines Flussschlamm-Modellsystems aus Ton und Gelatine. Hier sind eine sehr weiche und kohäsiv versagende Schicht (Ton/Gel 1, hergestellt unter hohem Lufteintrag in die Schicht) und eine festere Variante, die mit der verwendeten Methode weder als rein kohäsiv noch als rein adhäsiv versagend beschrieben werden kann (Ton/Gel 2), zu unterscheiden.

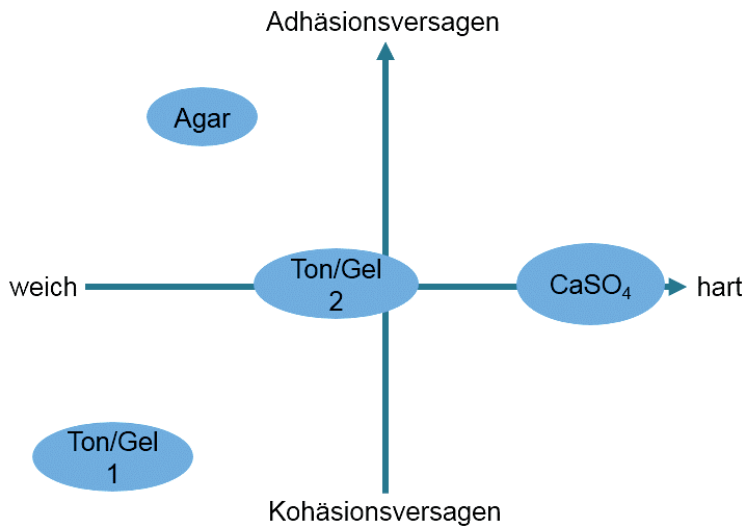


Abb. 4.15:
Einteilung der im Projekt verwendeten Modellverschmutzungen in eine Vierquadrantenmatrix zur Übersicht über deren Charakterisierung hinsichtlich Festigkeit, Adhäsions- bzw. Kohäsionsversagen.

Abb. 4.16 zeigt einzelne Wärmeübertragerplatten mit den Modellbelägen jeweils vor (links) und nach (rechts) der Complex[®]-Reinigung. Calciumsulfatschichten wurden in einer Plattenwärmeübertrager-Anlage produziert, während die Modellschichten Flussschlamm und das Hydrogel direkt auf den Platten aufgetragen wurden. Die Plattenpakete wurden anschließend zusammengebaut und in den Reinigungsteststand eingesetzt. Bei Belägen, die kurz nach ihrer Herstellung abgereinigt wurden, zeigten sich durchweg gute Reinigungsergebnisse, wie sie rechts in Abb. 4.16 zu sehen sind.

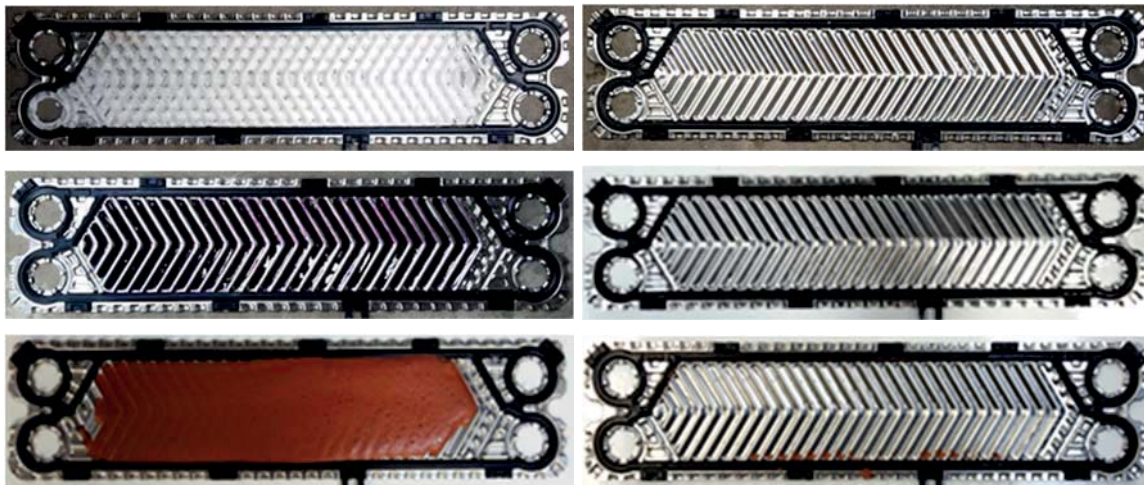


Abb.4.16: Wärmeübertragerplatten belegt mit den Modellablagerungen Calciumsulfat, Hydrogel und Flussschlamm vor und nach der Reinigung

Gealterte Ablagerungen, im speziellen Flussschlamm und Hydrogel, waren bei identisch eingestellten Reinigungsparametern allerdings nicht rückstandsfrei zu entfernen. Über Optimierungen, wie die Erhöhung der Anzahl der Luftimpulse, die Erhöhung des Impulsdrucks und die Einstellung mehrere Richtungswechsel der Luft-



Wasser-Strömung, konnten aber auch in solchen Fällen zufriedenstellende Reinigungsergebnisse erzielt werden.

Neben den Modellablagerungen konnten im Projektzeitraum auch zahlreiche reale Wärmeübertrager von neu gewonnenen Industriekunden der Fa. Hammann GmbH mit dem Reinigungsteststand erfolgreich von unterschiedlichen Ablagerungen befreit werden. Dazu gehörten zum Beispiel Wärmeübertrager aus den Kühlsystemen einer Biodieselanlage, eines Automobilzulieferers und eines Pharmaunternehmens.

In einem nachfolgenden Kooperationsprojekt soll das Reinigungsverfahren für Wärmeübertrager im Betrieb angewandt werden, sodass weder die Demontage noch die Außerbetriebnahme des Wärmeübertragers erforderlich sind. Für einen maximalen Reinigungseffekt bei schonenden Prozessparametern (z.B. niedriger Impulsdruck) und möglichst kurzer Anwendungszeit sollen zusätzlich Tenside zugesetzt werden. Vorversuche haben gezeigt, dass die Kombination von Comprex® mit dem Einsatz von Tensiden zu einer Reinigungseffizienz führt, die mit den jeweils einzelnen Reinigungsmethoden nicht erreicht werden kann. Die wesentliche Herausforderung besteht in der simultanen Beherrschung der Reinigung und des regulären Betriebes des Wärmeübertragers, da die gegenseitigen Einflüsse bisher unbekannt sind.

Das beschriebene Projekt wurde aus Haushaltsmitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft und Energie (BMWi) über das Zentrale Innovationsprogramm Mittelstand finanziell gefördert und in Kooperation mit dem IWW Rheinisch-Westfälisches Institut für Wasserforschung gemeinnützige GmbH und der Hammann GmbH durchgeführt.

4.2 Innovative Apparate und Anlagenkonzepte

4.2.1 Dünnschichtverdampfung

(Alina Greis, M. Sc.)

Die Verdampfung und Stofftrennung thermisch sensibler Produkte ist eine Herausforderung in vielen Verfahren der chemischen, spezialchemischen, biotechnologischen oder pharmazeutischen Industrie. Sie erfordert eine niedrige maximale Betriebstemperatur und eine möglichst kurze Verweilzeit. Hier können Dünnschichtverdampfer, welche der Gruppe der Filmverdampfer angehören, vorteilhaft eingesetzt werden. Die Betriebsweise im Vakuum bis 1 mbar(a) ermöglicht das Herabsetzen der Siedetemperatur, wodurch auch Stoffe verdampft werden können, deren Normalsiedepunkt oberhalb der thermischen Zersetzungsgrenze liegt. Durch einen geringen Hold-up im Apparat können kurze mittlere Verweilzeiten im Bereich weniger Sekunden erreicht und so der Kontakt mit der heißen Wärmeübertragerwand minimiert werden. Ein rotierendes Wischersystem im Verdampferrohr ermöglicht neben der geringen erforderlichen Flüssigkeitsbeaufschlagung auch die Verdampfung problematischer Stoffsysteme wie hochviskoser, zu Fouling neigender oder feststoffbeladener Medien.

Durch eine Vielzahl von veränderlichen Betriebs- und Apparateparametern können Dünnschichtverdampfer optimal an die jeweiligen Produkteigenschaften angepasst werden. Nachteilig an dieser Flexibilität ist jedoch, dass es trotz umfangreicher Untersuchungen in der Literatur bisher nicht möglich ist, eine allgemeingültige und abgesicherte Berechnungsgrundlage für die Auslegung und das Scale-up von Dünnschichtverdampfern bereitzustellen. Neue Anwendungen erfordern aufwändige Versuche, welche durch einen hohen Kosten- und Zeitfaktor gekennzeichnet sind und durch die Produktverfügbarkeit begrenzt sein können.

Am ICTV wurde daher eine neue Pilotanlage zur Dünnschichtverdampfung (vgl. Abb. 4.17) aufgebaut und erfolgreich in Betrieb genommen. Ziel ist es, die Beeinflussung durch die unterschiedlichen Betriebs- und Apparateparameter sowie die Stoffeigenschaften zu quantifizieren. Hierzu kann sowohl auf die Verweilzeit- als auch auf das Verdampfungsverhalten fokussiert werden.



Abb. 4.17: Dünnschichtverdampfer am ICTV

In Anlehnung an den Industriemaßstab ist der Verdampfer in Edelstahl ausgeführt und kann mit Heizdampf aus dem Institutsnetz bei Temperaturen von 105 bis 140 °C beheizt werden. Es wurde eine Anlagensteuerung in LabView implementiert, die eine Aufzeichnung der Messdaten sowie die Steuerung bzw. Regelung der Geräte ermöglicht und erforderliche Sicherheitsabschaltungen durchführt. Die Anlage ist somit vollständig extern bedienbar, was den abgeschlossenen Betrieb im Abzug erleichtert. Ebenfalls ist der stationäre Betriebspunkt der Anlage in der Anlagensteuerung zu erkennen und die eingestellten Versuchsparameter werden stetig auf Abweichung überprüft. Online werden zudem die Wärmeleistung und der flächengemittelte Wärmedurchgangskoeffizient dargestellt, um bereits während des Betriebes eine Einschätzung der Verdampfungsleistung zu erhalten.

In den Versuchen können folgende Parameter variiert werden:

- Treibende Temperaturdifferenz über Anpassung der Heiz- und/oder Produktsiedetemperatur
- Betriebsdruck (→ Produktsiedetemperatur)
- Feedbelastung
- Feedeintrittstemperatur
- Drehzahl und Art des Wischers
- Unterschiedliche Versuchsmedien

In ersten Verdampfungsversuchen mit Reinstoff wurde Monoethylglykol verdampft und mittlere Wärmedurchgangskoeffizienten unter Variation von treibender Temperaturdifferenz, Feedbelastung und Rotordrehzahl bestimmt. Hierfür wurden Massen- und Energiebilanzen aufgestellt und der Betriebsbereich hinsichtlich Eindampfverhältnis und Flüssig- und Gasbelastung untersucht. Die Massenbilanz konnte im Mittel auf unter 1 % Abweichung, die Energiebilanz mit einer Abweichung kleiner als 5 % geschlossen werden.

Dieses Projekt wird in Kooperation mit der Lonza AG durchgeführt.

4.2.2 Eindampfung wässriger Lösungen durch Naturumlaufverdampfer mit mechanischer Brüdenverdichtung (Yan Lu, M. Sc.)

Ziel des Forschungsprojektes ist die Erschließung des Potentials zur effizienten Naturumlaufverdampfung unter Nutzung einer mechanischen Brüdenverdichtung (MBV). Die mechanische Brüdenverdichtung kommt zur energieeffizienten Verdampfung unter anderem in der Trinkwassergewinnung, Abwasserreinigung und Saftherstellung zum Einsatz. Dabei wird der Brüden aus dem Verdampfungsprozess mittels eines Gebläses so weit verdichtet, dass die erhöhte Kondensationstemperatur eine treibende Temperaturdifferenz zur Beheizung der Verdampfung bereitstellt. Die mechanische Brüdenverdichtung wird in der Regel mit Fallfilmverdampfern ausgeführt. Da Naturumlaufverdampfer nach dem Thermosiphonprinzip ohne Förderorgan arbeiten und eine einfache Bauform haben, kann die Kombination aus Naturumlaufverdampfung und mechanischer Brüdenverdichtung eine verbesserte Wirtschaftlichkeit erzielen. Daher sollen in diesem Projekt die Tauglichkeit eines Eindampfsystems mit Naturumlaufverdampfer unter Nutzung einer mechanischen Brüdenverdichtung nachgewiesen, vorteilhafte Einsatzfälle identifiziert und die Verbesserung der Wirtschaftlichkeit quantifiziert werden.

Die Leistung der mechanischen Brüdenverdichtung hängt von der benötigten Druckerhöhung ab. Günstige Einsatzfälle sind gegeben, wenn mit einer geringen Druckerhöhung bereits eine merkliche Erhöhung der Kondensationstemperatur erreicht wird. Das ist bei solchen wässrigen Lösung der Fall, bei denen die Dampfdruckkurven nicht wesentlich von der des reinen Lösungsmittels entfernt sind und

die Steigung der Dampfdruckkurve gering ist. Insbesondere wird diese Bedingung bei tiefen Absolutdrücken erreicht, siehe Beispiel in Abb. 4.18. Außerdem kann die benötigte Druckerhöhung klein gehalten werden, wenn die eingesetzten Verdampfer bereits bei einer kleinen treibenden Temperaturdifferenz zwischen Heiz- und Verdampfungsseite stabil betrieben werden können. Dies ist in konventionellen Naturumlaufverdampfern nicht sicher gegeben, da sowohl der Betrieb im Vakuum als auch bei geringer Temperaturdifferenz den Selbstumlauf erschwert. Daher werden Naturumlaufverdampfer nicht oder nur sehr selten mit mechanischen Brüdenverdichtern eingesetzt. Neue Forschungsarbeiten zeigen allerdings, dass der Betriebsbereich der Naturumlaufverdampfer mithilfe von Turbulenzpromotoren erweitert werden kann. Somit ist möglich, Naturumlaufverdampfer auch bei Drücken bis $p_{\text{abs}} = 200 \text{ mbar}$ und bei kleinen Temperaturdifferenzen zwischen Heiz- und Verdampfungsseite von $5 \dots 7 \text{ K}$ stabil zu betreiben.

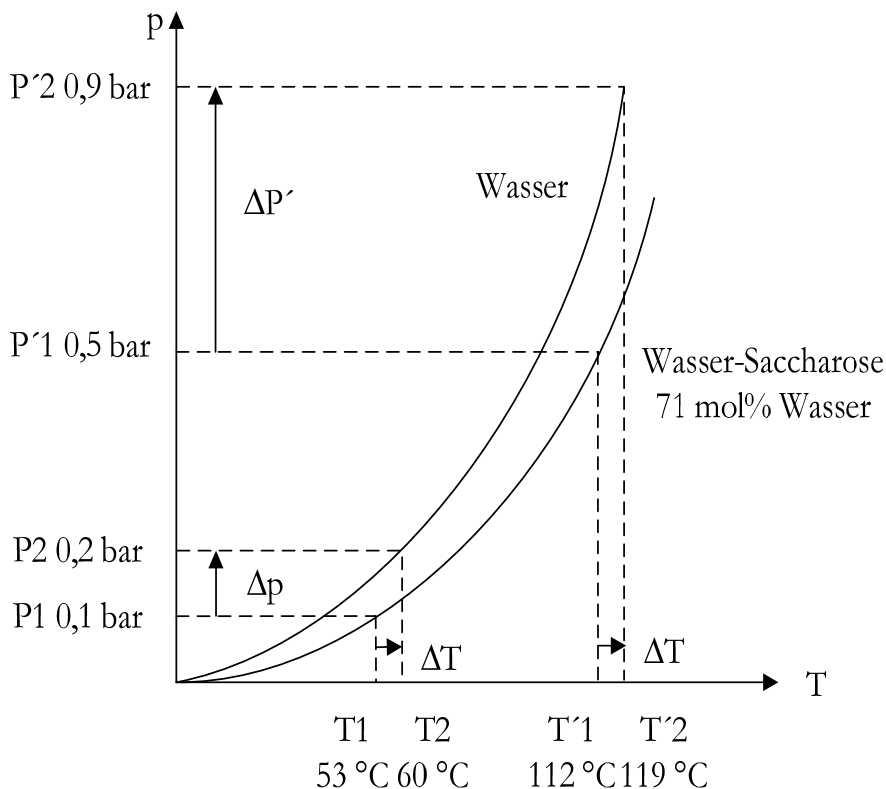


Abb. 4.18: Eindampfung Wasser-Saccharose-Lösung unter Nutzung von MBV

Die Versuchsanlage, siehe Abb. 4.19, kann mit und ohne mechanischem Brüdenverdichter betrieben werden. Ein Verdampfer mit drei Innenrohren der Geometrie $d_a \times s \times L = 20 \times 2 \times 1500 \text{ mm}$ wird untersucht. Im Betrieb ohne mechanischen Brüdenverdichter wird der Brüden aus dem Brüdenabscheider B1 im Kondensator W3 kondensiert, gravimetrisch gemessen und anschließend wieder in den Brüdenabscheider B1 zurückgeführt. Die Beheizung der Verdampferrohre erfolgt mittels Siederthermostat. Im Betrieb mit mechanischem Brüdenverdichter wird der Brüden

verdichtet, beheizt anschließend den Verdampfer und fließt zurück in den Brüdenabscheider B1. Der anfallende Heizdampfkondestatstrom an der Verdampferrohrwand wird mithilfe eines Differenzdrucksensors über den Füllstand im Kondensatbehälter B3 ermittelt. Zusammen mit dem einphasigen Durchfluss im Zulaufrohr werden die Wärmeströme auf der Produkt- und Heizdampfseite bilanziert. Zur Beschreibung der Wärmeübertragung im Verdampfer werden die Temperaturen in der Rohrrmitte und an der Außenwand des Innenrohrs mithilfe der faseroptischen Temperaturmessung entlang der Rohrlänge kontinuierlich gemessen. Der Druckverlust und der einphasige Wärmeübergang werden im Versuch mit Zwangsumlauf über Pumpe P1 bestimmt.

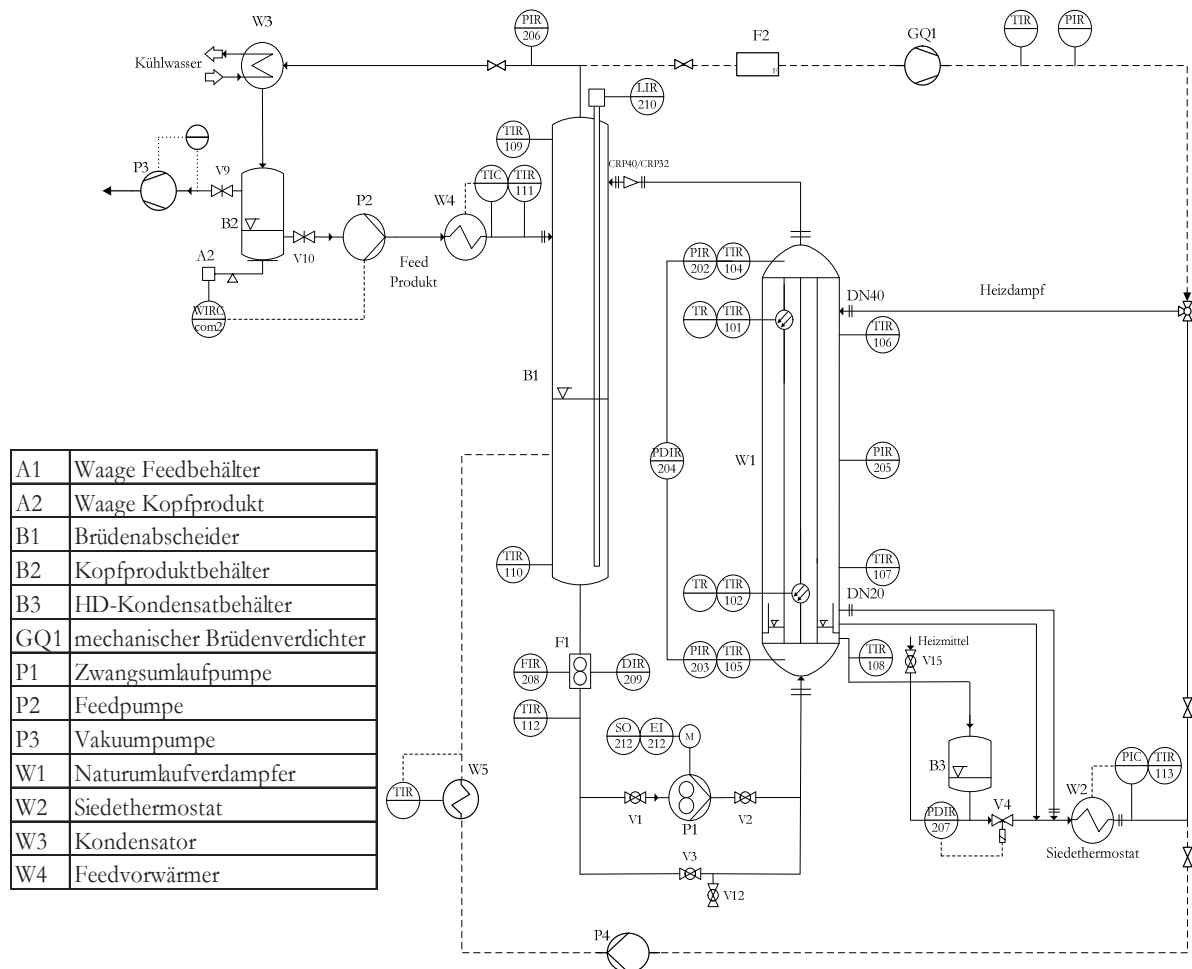


Abb. 4.19: Versuchsanlage mit Naturumlaufverdampfer und die Erweiterung mit MBV

Versuche mit und ohne mechanischer Brüdenverdichtung werden für Wasser durchgeführt. Der Einfluss der Betriebsdrücke, scheinbaren Flüssigkeitsstände und treibenden Temperaturdifferenzen zwischen Heiz- und Produktseite werden untersucht. Im Weiteren wird das Betriebsverhalten für Wasser-Glycerin-Gemische und Wasser-Saccharose-Gemische untersucht.

Frau Yan Lu wird von dem Promotionsstipendienprogramm der Deutschen Bundesstiftung Umwelt (DBU) gefördert.

4.2.3 Faseroptische Temperaturmessung in Verdampfern und Kondensatoren

(Prof. Dr.-Ing. Stephan Scholl; Dipl.-Ing. Robert Goedecke)

Die Messung lokaler Temperaturen und Temperaturverläufe in verfahrenstechnischen Apparaten kann eine wesentliche Hilfestellung für ein vertieftes Verständnis der in den Apparaten ablaufenden Reaktionen und/oder Transportprozessen sein. Von besonderem Interesse sind hier Reaktoren und mehrphasige Wärmeübertrager, speziell Verdampfer und Kondensatoren. (Mikro-)Thermoelemente können einen Temperaturverlauf nur an diskreten Punkten annähern. Zudem ist in vielen Einbausituationen eine Beeinflussung der Strömung und damit auch des Temperaturfeldes nicht vollständig zu vermeiden.

Seit einiger Zeit wird daher am ICTV eine faseroptische Temperaturmesstechnik eingesetzt. Laserlicht wird dabei axial in eine Glasfaser geleitet. An den Materialfehlern der Glasfaser stellen sich charakteristische lokale Brechzahlschwankungen ein. Diese sind durch Messung der Raleigh-Streuung (Rückstreuung des Laserlichts) bestimmbar. Längenänderungen der Glasfaser verändern die Brechzahlschwankungen. Für die thermisch induzierten Längenänderungen kann durch eine Kalibrierung die Veränderung der Brechzahlschwankungen in eine Temperaturänderung umgerechnet werden. Zum mechanischen Schutz der Glasfaser und um eine mechanisch induzierte Längenänderung auszuschließen wird diese in einer Federstahlkapillare mit 0,8 mm Durchmesser geführt. Das am ICTV eingesetzte System erlaubt eine örtliche Auflösung bis 1 mm, eine Messrate bis 50 Hz und eine Messlänge bis 70 m bei Temperaturen von -200 °C bis 700 °C. Da mit dem Messprinzip keine Absoluttemperaturen sondern stets nur Temperaturänderungen bestimmt werden, sind noch entsprechende Referenztemperaturen mittels Pt 100 oder Thermoelement erforderlich.

Die Messtechnik wurde bisher bei der Naturumlaufverdampfung in einen Kissenplattenapparat sowie der Kondensation in vertikalen Rohren eingesetzt. Abb. 4.20 zeigt drei axiale Temperaturverläufe für die Verdampfung eines Wasser/Glycerin-Gemisches mit einem Molanteil Wasser von $x_w = 0,71 \text{ mol}_w/\text{mol}_{\text{ges}}$ bei 0,2 bar abs und einer treibenden Temperaturdifferenz von 15 K. Der Verdampfer besitzt zwei parallele Strömungswege verdampfungsseitig; der vollständige Verlauf gilt für den linken, der andere für den rechten Kanal. Dargestellt sind auch die Messwerte von zehn axial verteilten Thermoelementen. In den Experimenten wurde der scheinbare Flüssigkeitsstand von 130 % über 100 % auf 80 % abgesenkt. Deutlich ist die Verkürzung der einphasigen Aufheizzone mit abnehmendem scheinbarem Flüssigkeitsstand zu erkennen. Die auftretenden Schwankungen in den Verläufen sind durch die turbulente Dampf/flüssig-Zweiphasenströmung in dem Apparat zu erklären. Diese verursachen eine mechanische Dehnung der Glasfaser, welche die Auswertesoftware als Temperaturschwankung interpretiert. Für die Verdampfung von reinem Wasser war aus diesem Grund keine Messung mittels Glasfaser möglich: die

intensivere Verdampfung führte zu einer zu starken mechanischen Beanspruchung der Faser.

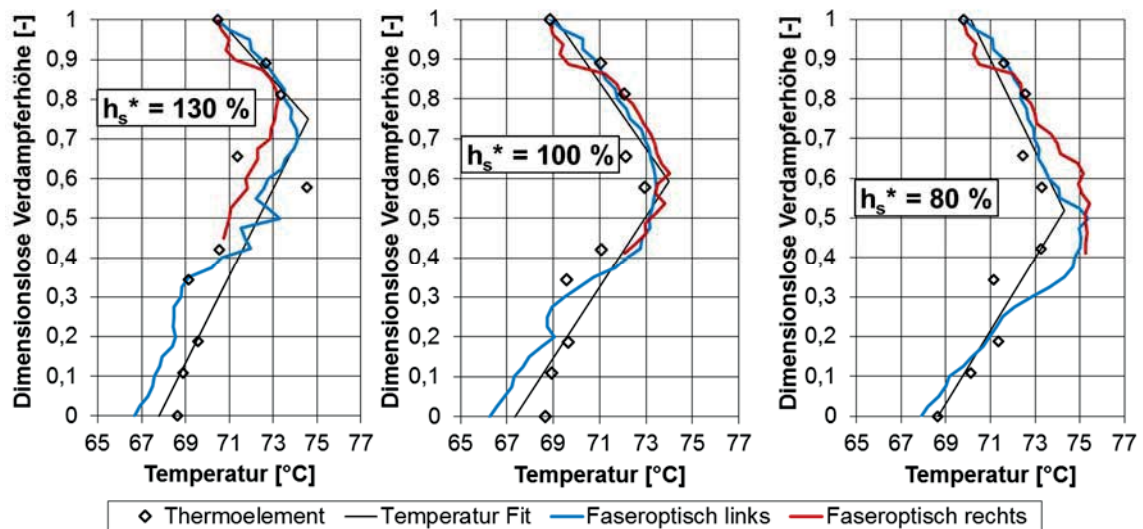


Abb. 4.20: Temperaturprofil abhängig vom scheinbaren Flüssigkeitsstand h_s^* ; Wasser/Glycerin, $x_w = 0,71 \text{ mol}_w/\text{mol}_{ges}$; $p = 0,2 \text{ bar}$, $\Delta T = 15 \text{ K}$

In einem zweiten Anwendungsfall wurde der Temperaturverlauf bei der Kondensation in einem senkrechten Rohrbündel untersucht. Die Experimente erfolgten mit 1-Hexanol bei 200 mbar abs in Glattrohren. Abb. 4.21 zeigt Temperaturverläufe in der Dampfphase für Kühlwasservorlauftemperaturen von 80 °C (obere), 60 °C (mittlere) und 40 °C (untere Kurve). Deutlich zu erkennen ist, dass bei den hohen Kühlwassertemperaturen die Kondensation noch nicht abgeschlossen ist. Auch fällt der gleichmäßigere Verlauf der Temperaturprofile gegenüber dem Verdampfer in Abb. 4.20 auf, was durch die geringere mechanische Beanspruchung der Glasfaser begründet ist.

In weiteren Messungen konnten der Einfluss von Inertgasen auf die Kondensation sowie die Leistungssteigerung durch den Einbau von Drahtgestriken quantifiziert werden. Derzeit werden Verbesserungsmöglichkeiten der Messtechnik sowie weitere Einsatzfelder untersucht.

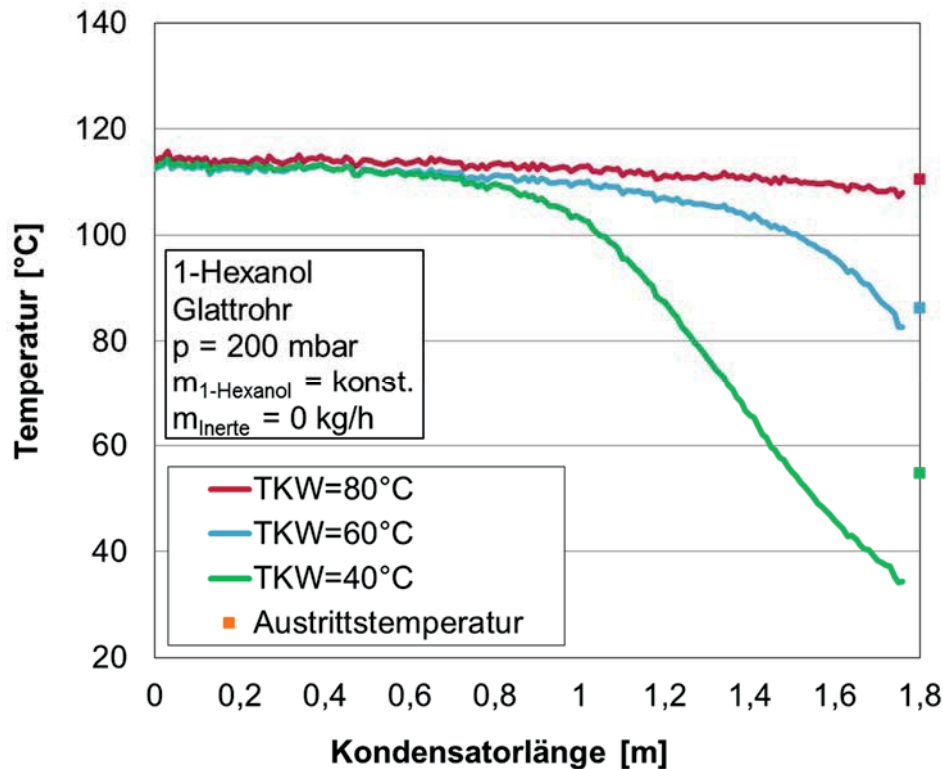


Abb. 4.21: Axialer Temperaturverlauf bei der Kondensation von 1-Hexanol in einem vertikalen Glattrohr bei Variation der Kühlwassereintrittstemperatur

4.2.4 Tropfenentstehung und –reduzierung in Stoffaustauschapparaten - TERESA

(Dipl.-Ing. André Paschetag; Mandy Wesche, M.Sc.;
Dr.-Ing. Katharina Jasch)

Das Verbundprojekt mit neun Industriepartnern und vier Forschungsinstituten zielt auf die Erhöhung der Energie- und Ressourceneffizienz fluider Trennprozesse durch Vermeidung des Tropfenmittresses in Gas/Dampf-flüssig-Gegenstromprozessen. Bei den betrachteten Trennprozessen, wie Rektifikation, Ab-/Desorption oder Verdampfung, handelt es sich um zentrale Grundoperationen in allen Sparten der Prozessindustrie.

Durch unzureichende Phasentrennung und/oder Tropfenmittress wird die Effizienz thermischer oder fluider Trennverfahren wesentlich beeinflusst. Entscheidend sind in den betriebenen Apparaten die Schnittstellen bzw. Übergabepunkte zwischen einzelnen Funktionseinheiten, da an diesen die nicht bestimmungsgemäße oder defizitäre Performance der vorgeschalteten Stufe die nachgeschaltete Stufe beeinträchtigen, mit den Folgen Leistungsminderung, Mehraufwand oder Schädigung. In TERESA werden diese Schnittstellen rund um eine allgemeine Trennkolonne betrachtet. Die Schwerpunkte der Untersuchungen liegen auf a) der Feedleitung bis zum Eintritt in die Kolonne, b) dem Zulaufbereich innerhalb der Kolonne, c) dem

Kolonnenkopf und d) dem Sumpfbereich der Kolonne oder dem Brüdenabscheider nach einem Zwangsumlaufentspannungsverdampfer (ZUEV), siehe Abb. 4.22.

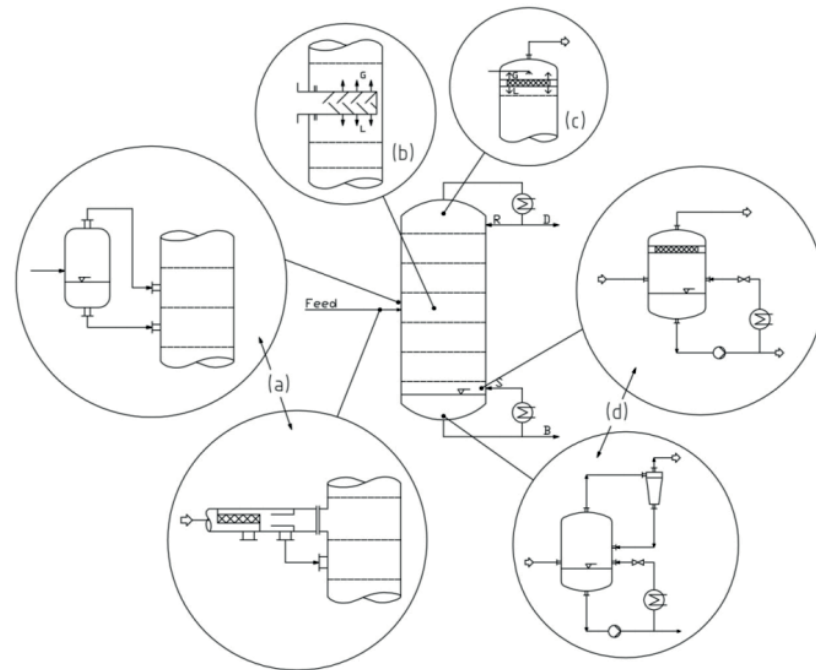


Abb. 4.22: Untersuchungsbereiche in TERESA a) Feedleitung bis zum Eintritt Kolonne, b) Zulaufbereich innerhalb der Kolonne, c) Kolonnenkopf, d) Sumpfbereich der Kolonne

Am ICTV wird die Tropfenentstehung und –abscheidung nach einem ZUEV experimentell und theoretisch untersucht. Ziel ist es, stoffliche, apparative und betriebliche Parameter zu identifizieren, die eine starke Tropfenbildung verursachen, sowie Maßnahmen zur Reduzierung und Handhabung dieser aufzuzeigen. Die Erkenntnisse werden in dimensionslosen Kennzahlen dargestellt und fließen in die Erstellung von Strömungskarten ein. Diese ermöglichen Abschätzungen bzgl. der Betriebsbedingungen, bei denen für eine gegebene Abscheiderbauform Tropfenmitriss zu erwarten ist oder nicht.

Außerdem werden die entwickelten Technologien bewertet. In diesen Zusammenhang erfolgt eine vergleichende Nutzen/Aufwand-Analyse in Prozesssituationen gemäß Stand der Technik mit unbefriedigender Phasentrennung und Tropfenabscheidung gegenüber den Lösungen, die in dem Projekt an den vier unterschiedlichen Untersuchungsbereichen erzielt werden. Die durch Realisierung der Forschungsergebnisse erzielbaren apparativen, prozesslichen und infrastrukturellen Potentiale bzgl. der Steigerung von Ressourcen- und Energieeffizienz werden ökonomisch und ökologisch bewertet. Dabei soll u.a. der Einfluss der eingesetzten Apparate im Produktionsprozess untersucht werden.

Das Projekt wird vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie (BMWi) gefördert und läuft über drei Jahre mit Start am 01.11.2016.

4.3 Nachhaltige Produktionstechnologien

4.3.1 Adsorption von Elektrolytkomponenten beim Recycling von Li-Ionen-Batterien

(Dipl.-Ing. Friederike Stehmann)

Alternative Antriebe für Kraftfahrzeuge, wie Hybrid- oder Elektromotoren, werden in den nächsten Jahren immer mehr Bedeutung erlangen. Hierbei kommen wegen ihrer hohen Leistungsdichte vor allem Li-Ionen-Batterien als Energiespeichermedium zum Einsatz. Um auch langfristig genügend Ressourcen für die Herstellung dieser Batterien bereitstellen zu können, ist es sinnvoll, außer Betrieb genommene Batterien zu recyceln. Das Recycling kleinerer Li-Ionen-Batterien, wie z.B. aus Laptops oder Handys, wird heute bereits durchgeführt. Li-Ionen-Batterien aus Kraftfahrzeugen stellen jedoch auf Grund ihrer hohen Leistungsdichte besondere Anforderungen vor allem bezüglich der Sicherheit an den Prozess.

In dem Projekt *LithoRecII* wurde ein Recyclingprozess entwickelt, welcher durch die Entladung, Demontage, Zerkleinerung, Extraktion, Trocknung und Separierung eine Batterie in ihre Wertkomponenten zerlegen kann. Der Zerkleinerer muss mit Inertgas gespült werden, um einer explosionsgefährdeten Atmosphäre vorzubeugen. Während der Trocknung wird ebenfalls Inertgas zugeführt, um eine moderate Trocknungstemperatur zu ermöglichen und dadurch eine Zersetzung des Leitsalzes in Flusssäure zu verhindern. Das Inertgas wird hierbei mit den flüssigen Elektrolytkomponenten beladen und muss anschließend gereinigt werden. In dieser Arbeit wird die Abgasreinigung mittels Adsorption betrachtet.

Um den Adsorptionsprozess näher charakterisieren zu können, wurden Stoffstromsimulationen der abgasproduzierenden Prozesse durchgeführt sowie Reinstoff- und Mehrstoffadsorptionsgleichgewichte der Elektrolytkomponenten an Aktivkohle bestimmt. In folgenden Forschungsaktivitäten wurde der Aktivkohlefilter der Recycling-Demonstrationsanlage analysiert sowie eigene Durchbruchversuche in einem Laboradsorber durchgeführt.

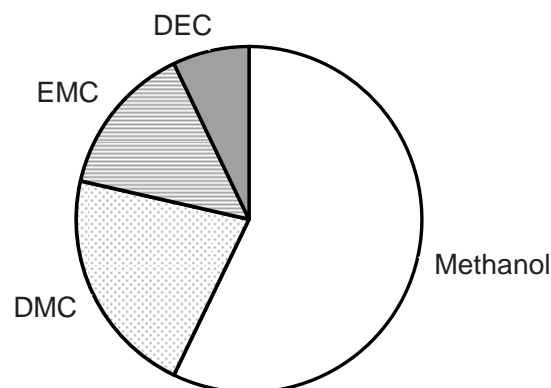


Abb. 4.23: Zusammensetzung des Gasüberstandes der Aktivkohle aus dem mobilen Schredder

Abb. 4.23 zeigt die Zusammensetzung des Gasüberstandes der Aktivkohle aus dem mobilen Schredder der Demonstrations-Recyclinganlage. Während DMC und EMC übliche Elektrolytbestandteile sind und daher im Abgas erwartet wurden, sind Diethylcarbonat und Methanol keine Bestandteile einer Batterie. Diese Stoffe können durch den Alterungsprozess der Batterie entstehen oder aber auch während der Adsorption selbst aus den vorhandenen Elektrolytbestandteilen reagieren.

Eine solche Zersetzung wurde bereits in Batchversuchen zur Ermittlung von Adsorptionsgleichgewichten beobachtet. Hier wird eine definierte Menge an Aktivkohle und flüssigem Adsorptiv, z.B. Dimethylcarbonat (DMC), in einem gasdichten Vial vorgelegt. Das Vial wird bei einer konstanten Temperatur für eine definierte Zeit gelagert und anschließend eine Probe aus dem Kopfraum des Vials entnommen. Mit einer Bilanz kann daraus die Aktivkohlebeladung, welche mit der analysierten Gasbeladung korrespondiert, errechnet werden. Bisherige Versuche zeigten, dass nicht nur DMC, sondern auch Methanol in der Gasphase detektiert wird, sodass die Bildung von Methanol auf die katalytische Wirkung der Aktivkohle zurückzuführen ist.

Diese Zersetzung zeigte sich sowohl in den Batchversuchen wie auch in Durchbruchversuchen in einem Laboradsorber. Für diese Versuche wurde ein Adsorber mit 120 g Aktivkohle gefüllt und mit einem Modellgas durchströmt. Das Modellgas wurde in einer Sättiger-Kondensator-Apparatur beladen und gaschromatographisch analysiert. Die Ergebnisse eines solchen Durchbruchversuchs sind in Abb. 4.24 dargestellt.

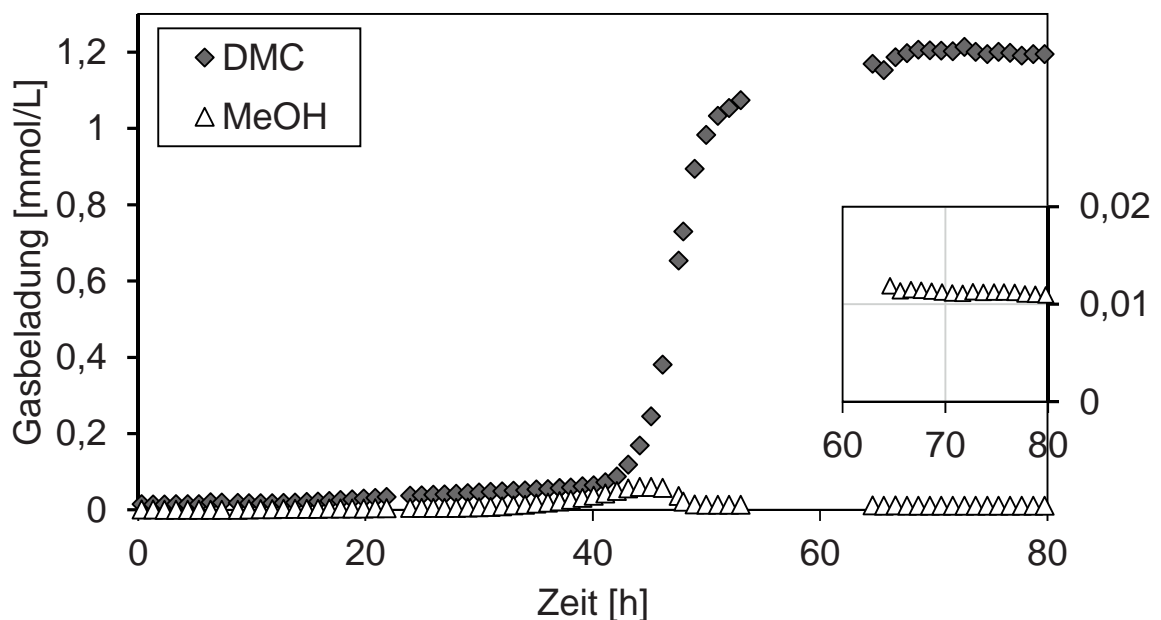


Abb. 4.24: Position der Temperaturfront und Gasbeladung am Adsorberausstritt bei Festbettadsorption. Modellgas: $Y_{\text{ein,DMC}} = 1,2 \text{ mmol/L}$, 35 L/h . Adsorbens: Aktivkohle, 120 g . $T=40 \text{ }^\circ\text{C}$

Zu Beginn des Versuches ist das Gas am Adsorberaustritt unbeladen und wird somit vollständig gereinigt. Nach ca. 40 h steigt die Gasbeladung mit DMC stark an, bis sie zum Ende des Versuches einen konstanten Wert von 1,2 mmol/L erreicht. Gleichzeitig wird am Adsorberaustritt nach 40 h ein Methanolpeak detektiert. Die Methanolkonzentration sinkt anschließend wieder auf einen konstanten Wert von ca. 0,01 mmol/L.

Die Zersetzung tritt somit nicht nur in Batchversuchen auf, sondern auch in Festbettversuchen. Für einen späteren Prozess ist die Zersetzung ein wichtiger Faktor, welcher bei der Auslegung berücksichtigt werden muss, da das Adsorptionsgleichgewicht des Gemisches DMC/Methanol ein anderes ist als das von reinem DMC. Reines Methanol adsorbiert schwächer an Aktivkohle als DMC, sodass ein Gemisch aus beiden vermutlich ebenfalls schlechter adsorbiert als reines DMC. Aktueller Forschungsgegenstand ist daher der Einfluss der Zersetzung auf die Adsorption und deren Gleichgewicht.

Das Projekt LithoRec II wurde vom Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz, Bau und Reaktorsicherheit (BMUB) gefördert.

4.3.2 Rückgewinnung von Elektrolytkomponenten beim Recycling von Li-Ionen-Batterien mittels Extraktion

(Dipl.-Ing. Paul Haas)

Dieses Projekt wird wie die in Abschnitt 4.3.1 beschriebene Adsorption innerhalb des Projektes „LithoRecII“ bearbeitet. Das Ziel ist hierbei die Extraktion des Elektrolyten aus den Lithium-Ionen-Batterien, um die Elektrolytbestandteile zurückzugewinnen und den aufgereinigten Feststoffes für die weitere Aufbereitung und Rückgewinnung der Wertbestandteile bereitzustellen. Für die nachfolgenden Prozessschritte ist wichtig, dass nur definierte Mengen an Schwersieder oder Lithiumfluorid als Zersetzungsprodukt des Leitsalzes in dem Feststoff verbleiben. Der Elektrolyt für Lithium-Ionen-Batterien in Kraftfahrzeugen besteht in diesem Forschungsprojekt aus dem Leitsalz Lithiumhexafluorophosphat (LiPF_6) und organischen Lösungsmitteln. Die Lösungsmittel umfassen neben den Leichtsiedern Dimethylcarbonat (DMC) und Ethylmethylcarbonat (EMC), die Schwersieder Ethylencarbonat (EC), Propylencarbonat (PC) und Cyclohexylbenzol (CHB). Bei der Fest-Flüssig-Extraktion wird ein Lösungsmittel mit dem zerkleinerten und aufgeschlossenen Batteriematerial vermischt und anschließend das Extrakt abgetrennt. Das Ziel ist die Entfernung der schwersiedenden, organischen Lösungsmittel und des Leitsalzes, bevor dieses zu Lithiumfluorid zerfällt und damit schwer löslich vorliegt. Als weitere Möglichkeit sind die Aufbereitung des Extraktes und die Rückgewinnung eines Teils des Leitsalzes oder der organischen Elektrolytbestandteile theoretisch möglich.

Recycling-Prozess mit Fest-Flüssig-Extraktion

In Abb. 4.25 ist das Prozessschema für einen Recyclingprozess für Lithium-Ionen-Batterien dargestellt.

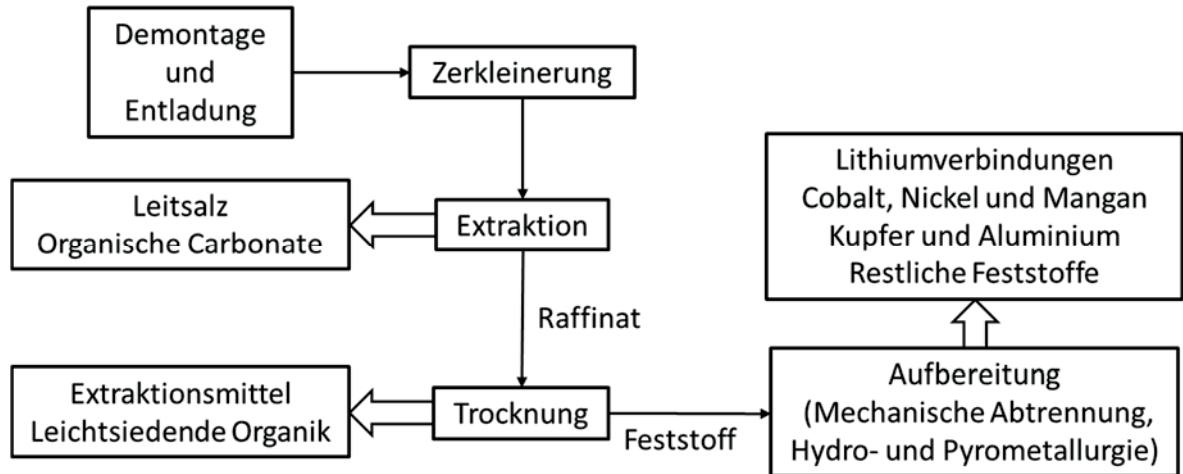


Abb. 4.25: Prozessschema des Lithium-Ionen-Batterie-Recyclings mit Fest-Flüssig-Extraktion

In dem geplanten Recyclingprozess werden die Lithium-Ionen-Batterien gesammelt, demontiert und entladen. Hier wird bis zu Modulebene, also dem Verbund aus mehreren Einzelzellen, demontiert. Danach folgt die Aufschlusszerkleinerung, wobei die Batteriegehäuse zerstört werden und die verschiedenen Batteriefragmente mit Elektrolyt frei vorliegen. Die Zerkleinerung muss unter Inertbedingungen erfolgen, da aufgrund der Leichtsieder und Restladung eine Explosionsgefahr besteht. Zudem würde der Kontakt mit Luftfeuchtigkeit, wie oben erwähnt, zur Zersetzung des Leitsalzes führen. Anschließend wird die Extraktion durchgeführt. Der Flüssigkeitsrückstand wird durch einen Trocknungsprozess entfernt. Dieser wurde anhand der Stoffeigenschaften modelliert. Der elektrolytfreie Feststoff wird zur weiteren Aufbereitung, die mechanische sowie pyro- und hydrometallurgische Prozesse beinhaltet, weitergegeben. Das Ziel ist hier die Rückgewinnung wertvoller Bestandteile wie Cobalt und Nickel, aber auch der anderen Feststoffe wie Kupfer und Aluminium aus den Anoden- und Kathodenfolien.

Experimenteller Aufbau und Vorgehen

Die Untersuchung im Labor erfolgte zu Beginn in einem über einen Doppelmantel temperierten Rührkessel mit einem Ankerrührer. Das Versuchsmaterial umfasste sowohl 18650-Modellzellen, wie sie in Laptops verwendet werden, als auch Einzelzellen aus Traktionsbatterien. Der Versuchsaufbau ist in Abb. 4.26 a und b dargestellt.



Abb. 4.26.a: Einhausung für Arbeiten in Inertgas

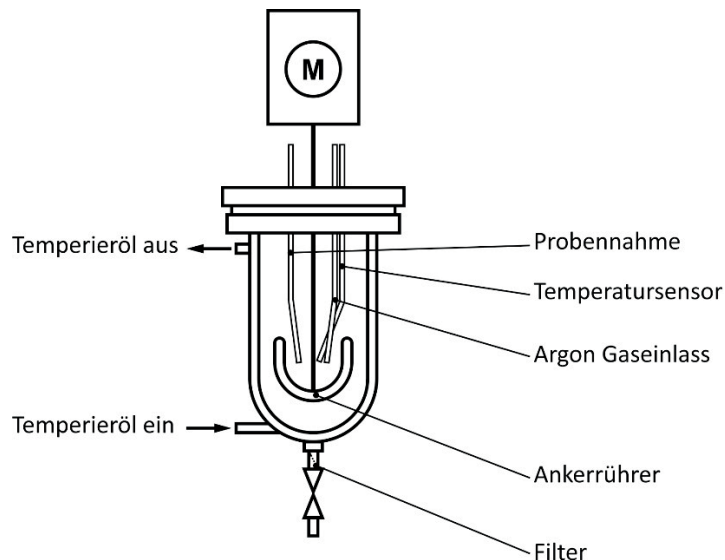


Abb. 4.26 b: Skizze des Rührkesselextraktors

In diesem wurden ein- und mehrstufige Extraktionsversuche in Kreuzstrom-Fahrweise durchgeführt. Hierfür wurde der Behälter mit dem Batteriematerial befüllt. Nach der vorgesehenen Extraktionszeit wurde die Flüssigkeit über einen Auslass

am Boden mit Filter abgelassen und neue Flüssigkeit eingefüllt. Die Versuchsanlage ist in einer Einhausung aufgestellt, die mit Stickstoff gespült wird. Der Kessel wird mit Argon gespült und die Versuche werden bei einem Überdruck von bis zu 1,5 bar durchgeführt. Die Proben werden über eine pneumatische Probenahme während der Versuche gezogen und über den Auslauf am Boden nach der Extraktionsstufe. Die Lithiumhexafluorophosphatkonzentration in den Proben wird mit der Ionenchromatographie bestimmt. Diese wurde mit einer linearen Matrixeliminierung angepasst um die Messung zu ermöglichen. Die in dem Feststoff verbliebenen Rückstände an Leitsalz oder an Zersetzungsprodukten werden ebenfalls über die Ionenchromatographie und die Fluoridkonzentration bestimmt. Die Messmethoden unterscheiden sich in der Probenvorbereitung.

Bisherige Ergebnisse

Die Versuche haben gezeigt, dass eine Extraktion des Leitsalzes möglich ist, jedoch ein Teil des Leitsalzes bereits durch die Nutzung und in der Aufbereitung für das Recycling zersetzt wird. Es ist also notwendig die Zersetzungsprodukte ebenfalls zu zersetzen, was durch eine Extraktion mit DMC nicht möglich ist. Die organischen Elektrolytbestandteile konnten durch die Extraktion und Trocknung erfolgreich entfernt werden. Die untersuchten Parameter umfassen die Temperatur, Extraktionszeit, Extraktionsmittelmenge und die Anzahl der Extraktionsstufen.

Das Projekt LithoRec II wurde vom Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit (BMUB) gefördert.

4.3.3 Kontinuierliche Herstellung von hochfeststoffhaltiger Wandfarbe unter Einsatz von Mikrokomponenten (Dipl.-Ing. Dipl.-Wirt.Ing. Matthias Wengerter)

Gegenstand des Forschungsprojektes in Kooperation mit der AURO Pflanzenchemie AG ist die Entwicklung eines neuen nachhaltigen Herstellverfahrens für hoch feststoffhaltige Dispersionswandfarbe aus fast ausschließlich nachwachsenden, nachhaltig produzierten Roh- und Hilfsstoffen mit einem Feststoffgehalt von etwa 50 %. Durch das derzeit absatzweise gestaltete Herstellverfahren und aufgrund der natürlichen Inhaltsstoffe kommt es unvermeidlich zu Schwankungen in den Produkteigenschaften der ökologischen Wandfarben. Die Qualitätsprüfung erfolgt durch Verarbeitung des fertigen Produktes und kann nur orientierend an Prozessparametern festgemacht werden. Viele Verfahrensschritte sowie auch die nach jedem Batch erforderliche aufwändige Reinigung der Anlagenteile müssen manuell durchgeführt werden, wobei die Mitarbeiter umfangreiche persönliche Schutzausrüstung tragen. Zur Verbesserung dieser wirtschaftlich, ökologisch sowie aus Bediener Sicht unbefriedigenden Situation soll ein neues nachhaltiges Herstellverfahren für hoch

feststoffhaltige Wandfarbe, insbesondere durch die Umstellung des heute absatzweisen auf einen kontinuierlichen Fertigungsprozess, entwickelt werden. Damit soll der Herstellungsprozess energie- und ressourceneffizienter, ergonomischer sowie noch qualitätsgesicherter gestaltet werden.

Um dieses Ziel zu erreichen sind Parameter zu identifizieren, zu quantifizieren und in der Verfahrensweise zu verankern, anhand derer eine qualitätssichernde Betriebsweise kontinuierlich eingehalten werden kann. Durch vergleichende Prozessökobilanzen soll die Vorteilhaftigkeit des neuen gegenüber dem heute ausgeübten Konzept aufgezeigt und quantifiziert werden. Die zum erfolgreichen Projektabschluss erforderlichen experimentellen und theoretischen Arbeiten reichen von der Analyse des derzeitigen Prozesses über die Konzeption, den Aufbau und Betrieb einer Pilotanlage bis zum ökologischen, ökonomischen und sozialen Vergleich der Verfahren.

Analyse Status Quo und Datensammlung

Zu Projektbeginn wurden die ökonomischen, ökologischen und prozessbezogenen Daten und Kennzahlen des derzeitigen Herstellungsverfahrens aufgenommen. Hierdurch ist der aktuelle Prozess tiefgreifend analysiert und vollständig dokumentiert. Auf der ökologischen und ökonomischen Seite der Betrachtungen wurden zunächst die Systemgrenzen des Herstellungsprozesses festgelegt und im Anschluss die Stoff- und Energieströme bilanziert. Neben den gesamten Herstellkosten wurden zusätzlich die Anteile der Energie-, Personal- und Reinigungskosten berechnet. Die Mengen an Abwasser, Abfällen und Reinigungsmitteln je kg Endprodukt wurden ermittelt. Durch die Berechnung des Gesamtenergieeinsatzes beim absatzweisen Verfahren wird beim späteren Vergleich mit dem kontinuierlichen Verfahren eine einfache Bewertung ermöglicht.

Prozessseitig konnten die im Batchprozess verwendeten Einsatzstoffe sowie das Endprodukt hinsichtlich der Eigenschaften wie Dichte, pH-Wert, Trockensubstanzgehalt, Viskosität, Farbwert und Partikelgrößenverteilung charakterisiert werden. Aus der Bestimmung der vorgenannten charakteristischen Eigenschaften anhand von Rückstellmustern wurde ein Qualitätsstandard für die Wandfarbe sowie ein zugehöriger Prüfvorgang definiert. Mit diesem wird es im Falle der erfolgreichen Prozessumstellung in einem benutzerunabhängigen Verfahren durch Verwendung der vorgegebenen Parameter möglich sein, die kontinuierlich hergestellte Wandfarbe auf Einhaltung der Spezifikation zu prüfen.

Durch die oben genannten Kennzahlen wird für die verschiedenen Eigenschaften ein zulässiger Bereich definiert, der die für spezifikationsgerechtes Produkt aus dem späteren kontinuierlichen Prozess einzuhaltenden Qualitätskriterien beschreibt. Diese Kriterien, zusammen mit dem ökonomischen und ökologischen Benchmark, dienen als wichtige Datengrundlage und werden später für die vergleichende Bewertung des neuen mit dem Altverfahren herangezogen.

Konzeption kontinuierlicher Prozess und Reinigung, Rezepturadaption

Parallel zur Statusanalyse und Datensammlung wurde mit der Entwicklung des kontinuierlichen Prozesses begonnen. Es erfolgte eine absatzweise Herstellung der Wandfarbe gemäß Rezeptur im Labormaßstab. Hierbei konnten verschiedene Effekte rund um die Benetzung und Dispergierung der partikulären Einsatzstoffe beobachtet und daraus Erkenntnisse für den zu konzipierenden kontinuierlichen Prozess gewonnen werden. Die Dosierung der Feststoffe im Rezepturverhältnis soll ebenfalls kontinuierlich erfolgen. Die benötigten Stoffströme weisen ein Verhältnis größer als 1:15 auf, wodurch gerade bei geringen Gesamtmassenströmen eine genaue Dosierung erforderlich wird. Im Labormaßstab ist dies schwieriger zu realisieren als für den industriellen Makromaßstab, wo verschiedene Hersteller Lösungen für die Prozessaufgabe anbieten. Weiterhin erwies sich eine rein volumetrische Dosierung nicht als verlässlich genug, weshalb die volumetrischen Dosierer um eine Wägezelle zu gravimetrischer Dosierung ergänzt wurden. Aufgrund von sich bildenden Feststoffbrücken in den Dosierern sind für die rezepturgetreue Dosierung der Feststoffströme derzeit noch Forschungsarbeiten vonnöten. Weiterhin erfolgten Dispergierversuche von absatzweise vorbereiteten, manuell abgemessenen Feststoff- und Flüssigvormischungen in den erforderlichen Mengenverhältnissen mit einem kontinuierlichen Labordispergierer. Die Feststoffe wurden nach und nach dem in einem Behälter vorgelegten, zirkulierenden Fluidstrom zugegeben. Hierbei zeigte sich erwartungsgemäß, dass das Endprodukt mit steigendem Feststoffgehalt höherviskos wurde. Dieser Problematik konnte mit einer erhöhten Drehzahl des Dispergierers begegnet werden.

Beschaffung, Aufbau und Inbetriebnahme Laboranlage

Zum Aufbau der für einen Durchsatz von etwa 5 kg/h konzipierten Laboranlage wurden die meisten Komponenten beschafft und für die Verwendung vorbereitet bzw. bereits in Betrieb genommen. Darunter befinden sich beispielsweise ein Farbsensor zur Inline-Überwachung der Produktfarbwerte, der o. g. kontinuierliche Dispergierer, Regelventil-ansteuernde Fluiddosierpumpen sowie ein Inline-Viskosimeter. Im folgenden Projektverlauf wird zudem mit der Ausarbeitung einer qualitätssichernden kontinuierlichen Prozessführung begonnen. Hier gilt es, Produkt- und/oder Prozessparameter zu identifizieren und quantifizieren, welche dafür geeignet sind bzw. deren ständige Abfrage sich als unerlässlich erweist. Die Parameter werden nach Möglichkeit durch kostengünstige Inline- oder Onlinesensoren überwacht, um im angestrebten kontinuierlichen Fertigungsverfahren die erforderliche kontinuierliche Überwachung und Sicherstellung der Produktqualität zu gewährleisten. Ebenfalls angedacht ist die Erstellung und Implementierung eines Mess-, Steuer- und Regelungskonzepts zur Umsetzung der optimierten Betriebsweise für die Laboranlage.

Der im Falle eines erfolgreichen Projektverlaufs erbrachte Nachweis einer technischen Machbarkeit der kontinuierlichen Herstellung hoch feststoffhaltiger Wandfarben durch kontinuierliche Fertigung legt schließlich den Grundstein für die unternehmerische Entscheidung zur Verfahrensumstellung. Durch diese kann die Umwelt in verschiedenen Bereichen entlastet werden. Frühere Untersuchungen am ICTV zeigten beispielsweise, dass mit einer besseren Mischung im Milli- oder Mikromaßstab der Bedarf an Additiven und Hilfsstoffen gesenkt werden kann, wodurch die ökonomischen und ökologischen Aufwendungen reduziert würden. Durch das geringere Anlagenvolumen kann eine zeitweilige Verletzung von Qualitätskriterien toleriert werden, sofern ein geeignetes Prozessführungskonzept dies kurzfristig korrigiert und das zwischenzeitlich nicht spezifikationsgerechte Produkt die Qualität im Produktsammelbehälter insgesamt nicht beeinträchtigt. Zudem erlaubt ein kontinuierliches Verfahren im Vergleich zu absatzweise arbeitenden Anlagen eine Reduktion des Reinigungsmittelbedarfs sowie des damit verbundenen Energieaufwands.

Das Projekt wird durch die Deutsche Bundesstiftung Umwelt finanziell gefördert und in Kooperation mit dem Projektpartner AURO Pflanzenchemie AG durchgeführt.

4.3.4 Kontinuierliche Aufreinigung von Aminosäuren mittels Chromatographie

(Dipl.-Ing. Nils Warmeling)

Die Herstellung von Aminosäuren erfolgt zumeist auf fermentativen Wege. Am Ende des Produktionsprozesses liegen die Zielprodukte zusammen mit einer Vielzahl weiterer gelösten und ungelösten Substanzen im Reaktormedium vor. Folglich ist ein anschließender Down-Streaming-Prozess zur Aufreinigung des Produktes notwendig. Zur Produktion hochreiner Aminosäuren für den pharmazeutischen Markt werden an diesen besonders hohe Ansprüche gestellt. Ziel ist es, bestehende Down-Streaming-Prozesse durch die Steigerung von Ausbeute, Energie- und Ressourceneffizienz zu optimieren, neue Aufarbeitungsstrategien zu etablieren sowie neue Produkte und Rohstoffquellen zu erschließen.

Zum Erreichen der beschriebenen Ziele wird der Einsatz neuer und innovativer Technologien sowie die Umstellung batchweise arbeitender Prozesse hin zu kontinuierlichen Betriebsstrategien betrachtet. Unterstützt wird dieses Vorgehen durch die Anwendung von modelbasierten Simulationen der einzelnen Grundoperationen sowie des Gesamtprozesses untereinander. Zur Beurteilung des Erfolgs werden softwaregestützte Bewertungsmethoden verwendet. Dabei steht, neben wirtschaftlichen Erfolgskriterien, auch die Ausarbeitung des Umweltentlastungspotenzials im Fokus. Eine besondere Herausforderung stellt dabei die Notwendigkeit der Mehrproduktfähigkeit der einzusetzenden Technologien: da verschiedene Aminosäuren in der Anlage produziert werden, müssen neue Technologien für alle Produkte in gleicher Weise anwendbar sein.

MCSGP

Im industriellen Umfeld müssen immer wieder aufwendige Trennoperationen durchgeführt werden, um eine Wertkomponente in der geforderten Reinheit darzustellen. Eine für biotechnologische und pharmazeutische Produkte häufig angewendete Trennmethode ist die präparative Chromatographie. Dieses, im Vergleich mit herkömmlichen Trennverfahren, aufwändige Verfahren ermöglicht bei geeigneter Adsorbens- und Parameterwahl eine Trennung vieler unterschiedlicher Gemische. Industrielle Ausführungen arbeiten zumeist im Batchbetrieb. Allerdings weisen kontinuierliche Prozessausführungen vielfach deutliche Vorteile auf.

Das MCSGP-Verfahren (Multi column countercurrent solvent gradient purification) stellt eine Weiterentwicklung des kontinuierlich arbeitenden SMB Verfahrens (Simulated moving bed) dar. Eine SMB erlaubt nur binäre Trennungen, während eine MCSGP auch ternäre Trennungen kontinuierlich durchführen kann. Durch eine geschickte Säulenverschaltung und dem Einsatz eines Gradienten in der Lösungszusammensetzung ist es möglich, Stoffgemische ohne Verluste aufzutrennen. Des Weiteren ist die Anzahl der zu trennenden Komponenten einzig durch den Druckverlust der Säulen beschränkt. Abb. 4.27 zeigt den allgemeinen Aufbau des MCSGP Verfahrens am Beispiel einer Ausführung mit sechs Säulen.

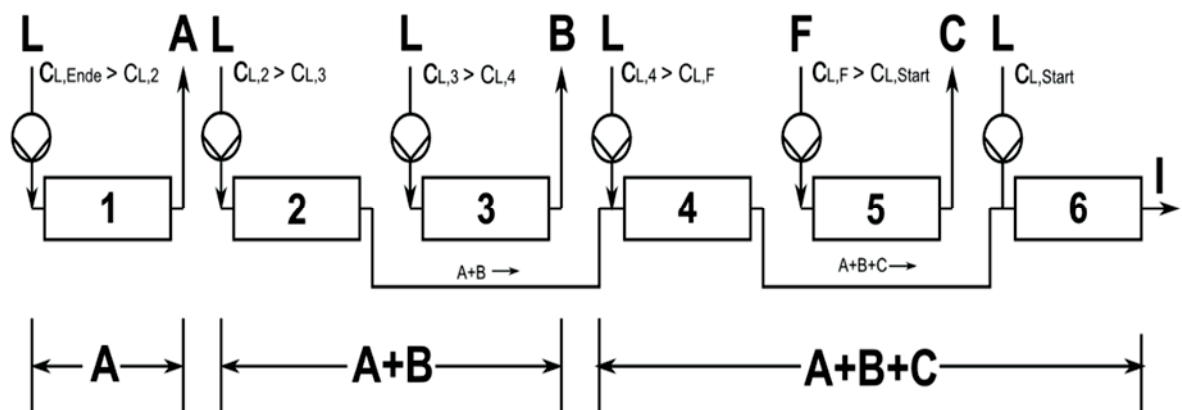


Abb. 4.27: 6-Säulen MCSGP-Einheit: A: stark adsorbierende Komponente, B: Produkt, C: leicht adsorbierende Komponente, L: Lösungsmittel, I: inerte Komponenten²

Wie bei kontinuierlichen Chromatographieverfahren üblich werden die einzelnen Säulen zyklisch in Gegenrichtung des Flusses weitergeschaltet. Vor jeder Säule wird das Laufmittel mit einer definierten Modifikonzentration zugeführt. Dadurch entsteht über den gesamten Aufbau ein Modifiziergradient. Der Modifizier muss eine ge-

² Aumann, L.; Morbidelli, M.: *A Continuous Multicolumn Countercurrent Solvent Gradient Purification (MCSGP) Process*; Biotechnology and Bioengineering, Vol. 98, No. 5, 2007

zielte Beeinflussung des Elutionsverhaltens der Zielkomponenten ermöglichen. Zusätzlich ist die Säulenreihung in zwei Zonen eingeteilt. Im dargestellten Beispiel werden an den Säulen 1, 3 und 5 die Zielkomponenten gewonnen. Die übrigen Säulen wurden untereinander kurzgeschlossen, fangen dadurch die verbleibende Zielkomponente auf und verhindern so Verluste.

Der Einsatz des MCSGP-Verfahrens für die Herstellung von „pharma grade“ Aminosäuren birgt ein großes Optimierungspotenzial für den Herstellungsprozess. Zum einen können auftretende Verunreinigungen wie Salze oder organische Säuren abgetrennt werden. Zum anderen können die beinhalteten Aminosäuren untereinander getrennt werden. Dies betrifft sowohl unterschiedliche als auch chemisch ähnliche Aminosäure oder deren Isomere. Dies führt zu einer deutlichen Reduzierung des biotechnologischen Aufwandes bei der Herstellung und ermöglicht die Aufarbeitung von alternativen Eduktströmen. Daneben werden auftretende Verluste reduziert und der Lösungsmittelaufwand durch den Einsatz eines Gradienten verringert, woraus sich weitere wirtschaftliche und umweltentlastende Vorteile ergeben. Für die wissenschaftlichen Untersuchungen am ICTV wird die semikontinuierlichen MCSGP-Anlage ContiChrom der Firma KNAUER Wissenschaftliche Geräte GmbH verwendet. Abb. 4.28 zeigt die verwendete Anlage.

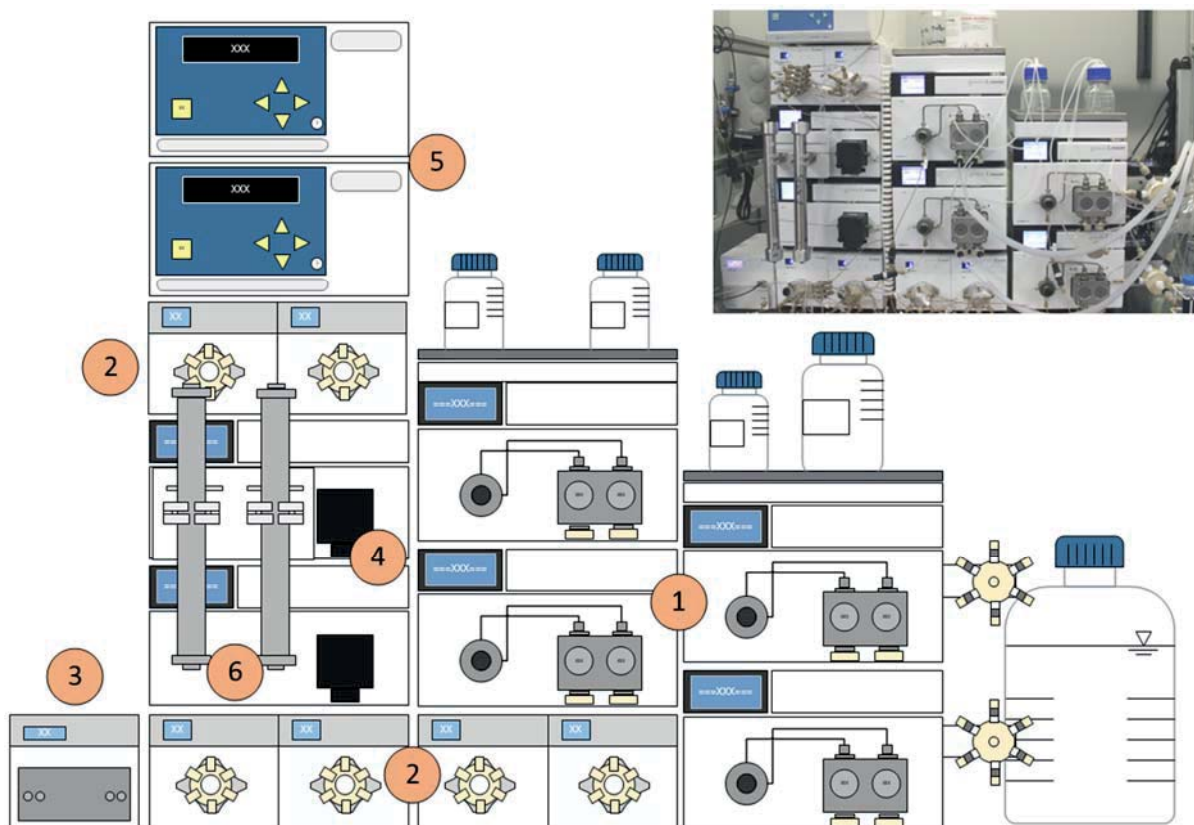


Abb.4.28: Schematische und reale Darstellung der am ICTV verwendeten MCSGP Anlage mit zwei Chromatographiesäulen.
 Pumpensysteme (1); Schaltventile (2); Leitfähigkeitsmonitor (3);
 UV/VIS-Detektoren (4); Refraktometer (5); Trennsäulen (6)

Die verwendete Anlage verfügt lediglich über zwei Chromatographiesäulen. Die bereits beschriebenen einzelnen Funktionen werden dabei innerhalb einzelner Säulen verknüpft. Ausschlaggebend für den Erfolg einer MCSGP-Trennung ist die Wahl eines geeigneten Elutionsgradienten. Für die Trennung von Aminosäuregemischen bietet sich aufgrund des zwitterionischen Charakters von Aminosäuren eine Variation des pH-Wertes an. Zu diesem Zwecke wurden verschiedene experimentelle Trennversuche unternommen. Abb. 4.29 zeigt exemplarisch die Trennung der Aminosäuren Serin und Valin auf einem Ionenaustauscher-Chromatographieharz. Serin und Valin sind sich chemisch sehr ähnlich und weisen nah beieinander liegende isoelektrische Punkte auf. Eine Trennung erweist sich entsprechend als schwierig. Der dargestellte Versuch zeigt, dass eine Erhöhung des pH-Werts zu einer deutlichen Verbesserung der Trennschärfe führt.

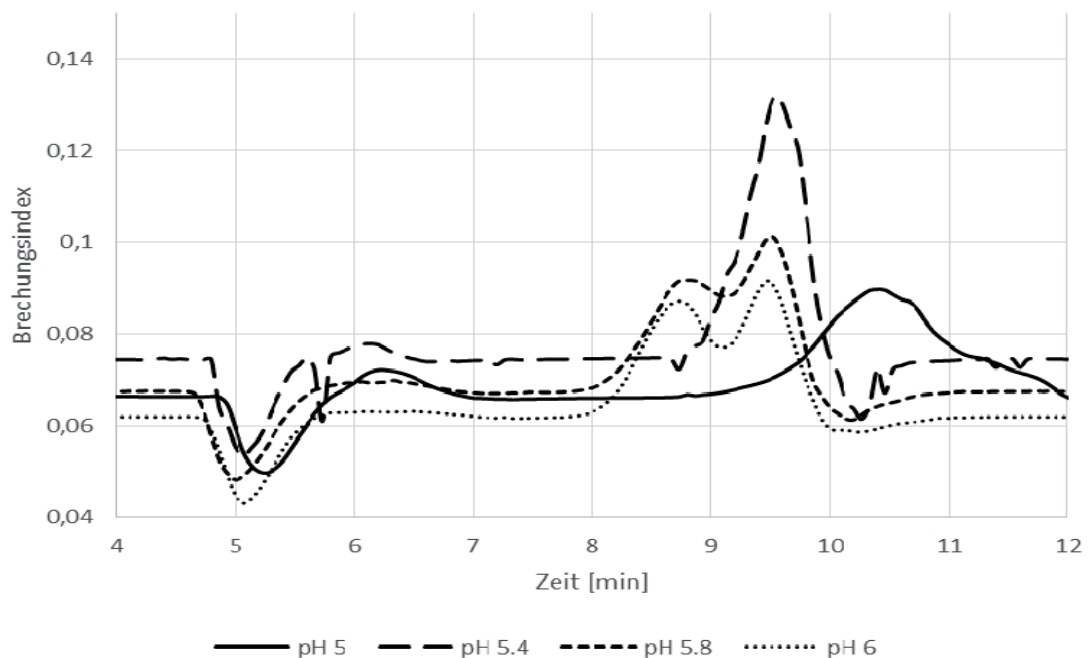


Abb. 4.29: Trennung von L-Serin und L-Valin bei variiertem pH-Wert mit Citratpuffer als Elutions-mittel

Die Durchführung von kontinuierlichen Trennversuchen an der MCSGP-Anlage unter Berücksichtigung der bisher erzielten Versuchsergebnisse ist Inhalt aktueller Untersuchungen.

Das Projekt wurde aus Haushaltsmitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft und Energie (BMWi) gefördert und in Kooperation mit der Amino GmbH durchgeführt.

4.3.5 Adsorptive Entfärbung Ionischer Flüssigkeiten für den Einsatz als Reaktionsmedium bei der Herstellung von Celluloseacetatfasern

(Dipl.-Ing. Marcus Möbius)

Der Einsatz Ionischer Flüssigkeiten (Ionic Liquid - IL) in der Herstellung von Celluloseacetatfasern bietet eine Vielzahl neuer Möglichkeiten. Durch ihren variablen Aufbau aus Kationen und Anionen können deren physikochemischen Eigenschaften, wie Viskosität, Schmelzpunkt oder z.B. auch deren Celluloselösekraft zielgerichtet für eine Prozessaufgabe optimiert werden. Deshalb werden IL auch als Designer Solvents bezeichnet. Weiterhin besitzen sie einen prozesstechnisch nicht relevanten Dampfdruck, wodurch IL gegenüber organischen Lösemitteln als umweltverträglicher gelten und zur Gruppe der Green Solvents zählen. Damit kann der Einsatz von IL in der Cellulosefaserherstellung zu einem nachhaltigeren und wirtschaftlicheren Herstellungsprozess beitragen.

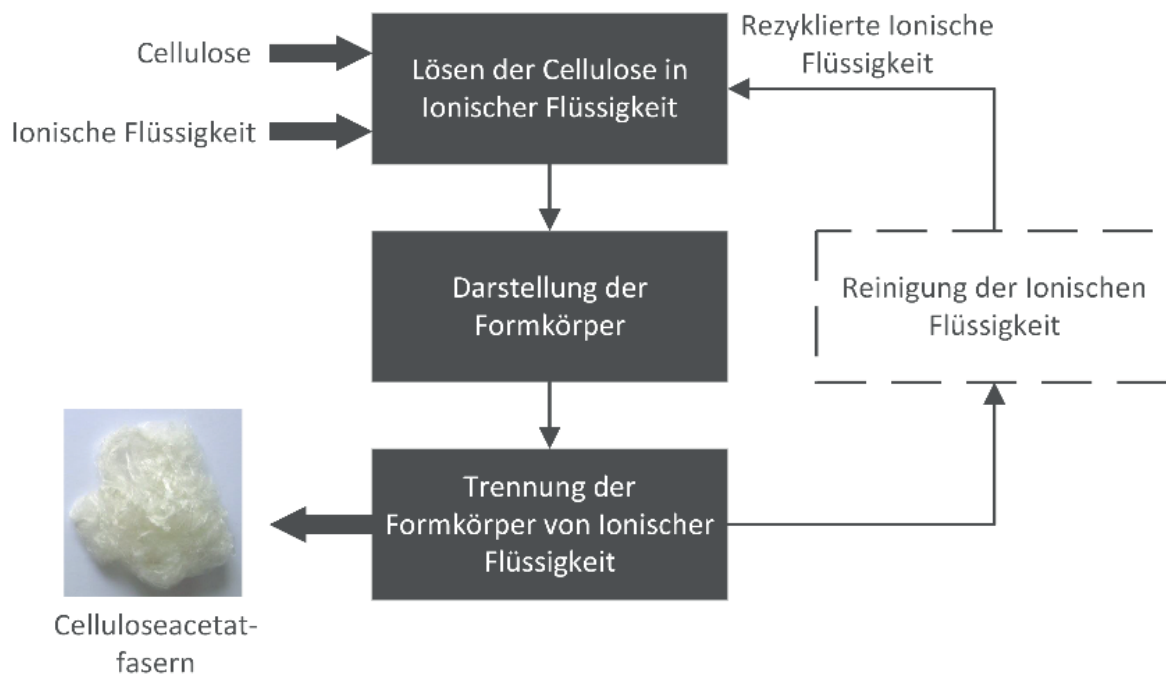


Abb. 4.30: Darstellung des Celluloseprozess zur Herstellung von Celluloseacetatfasern unter Verwendung von Ionischen Flüssigkeiten. Die Prozessführung wurde um eine Reinigung erweitert.

Ein Beispiel dafür ist der Einsatz von 1-Ethyl-3-Methylimidazoliumacetat (EMIMAc), worin bis zu 20 Gew.-% Cellulose gelöst werden können. Die Spinnlösung wird anschließend durch eine Lochmatrize gepresst und in einem Wasserbad gefällt (siehe Abb. 4.30). Die so erhaltenen Celluloseformkörper werden gewaschen und schließlich zu Fasern versponnen bzw. zu Vliesstoffen weiterverarbeitet. Vorteilhaft ist dabei, dass die erhaltenen Fasereigenschaften wie Reißfestigkeit und Dehnung durch den Einsatz von EMIMAc gegenüber herkömmlichen Herstellungsverfahren deutlich verbessert werden. Die wässrige IL wird anschließend rezykliert und

erneut im Prozess eingesetzt. Jedoch wurde auch beobachtet, dass es durch den wiederholten Einsatz von EMIMAc bei Temperaturen während der Faserherstellung von 120 °C zu einer starken Verfärbung der IL kommt. Diese Verunreinigungen aus organischen Bruchstücken der IL verschlechtern maßgeblich die Fasereigenschaften und reichern sich ohne eine Aufreinigung im Kreisprozess an. Daher wurde in diesem Forschungsvorhaben zusammen mit dem Materialforschungsinstitut TTTK, Rudolstadt eine mögliche adsorptive Aufreinigung der IL am Beispiel von EMIMAc untersucht. In Batchversuchen zur Entfärbung durch verschiedene Adsorbensmaterialien wurde beobachtet, dass der Einsatz polarer Adsorbentien, wie z. B. dem Molekularsieb 13X, zu keiner selektiven Entfärbung von EMIMAc führt, siehe Abb. 4.31. Besonders gute Entfärbungseigenschaften wurden jedoch durch den Einsatz von Aktivkohle erzielt.

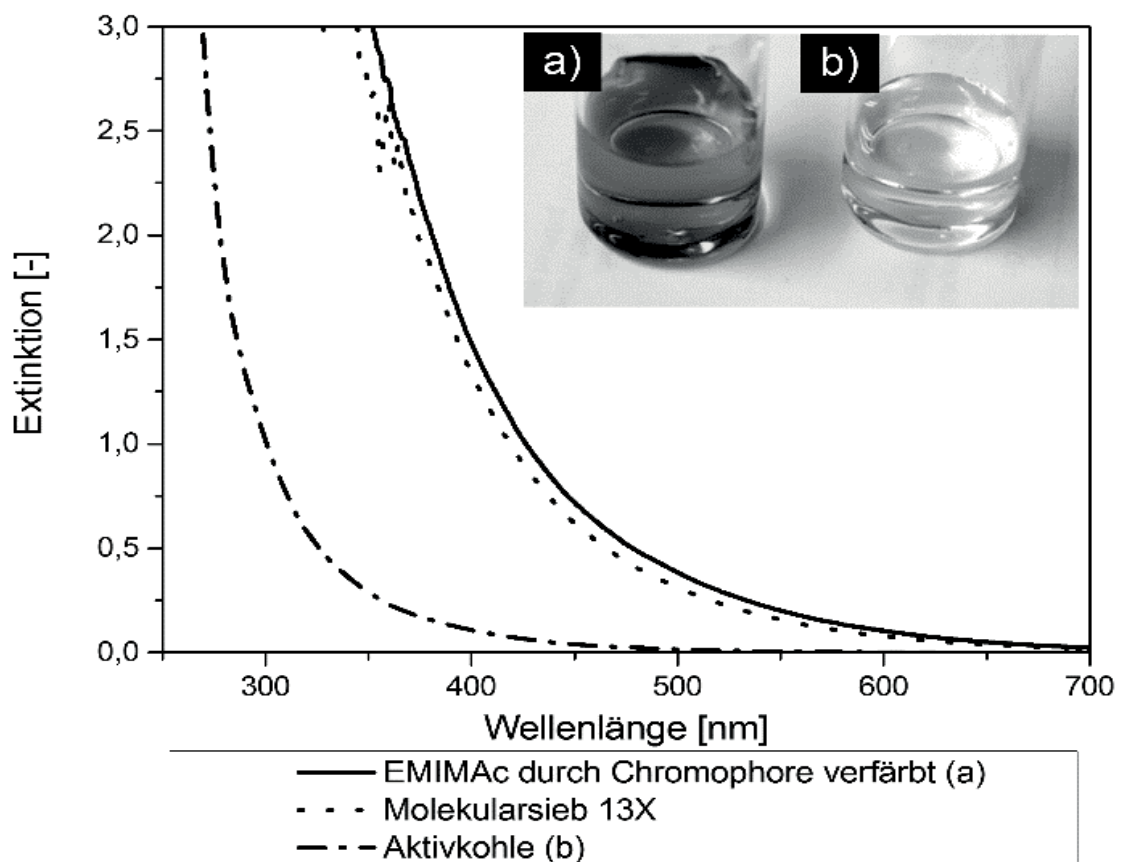


Abb. 4.31: UV/Vis-Spektrogramm einer verfärbten EMIMAc Lösung vor (Linie) und nach der Reinigung durch das Molekularsieb 13X (Punkte), bzw. durch Aktivkohlegranulat (Strich-Punkt) in Batch-Ansätzen bei 23 °C.

Kinetik der Entfärbung

Um die Entfärbung durch Aktivkohle weiterführend zu charakterisieren wurde die Kinetik in Batchansätzen bei verschiedenen Temperaturen untersucht. Dabei wurde beobachtet, dass die Entfärbungskinetik bei 30 °C mit einer Halbwertszeit von

ca. 51 h sehr langsam abläuft (siehe Abb. 4.32). Zusätzlich ist anhand der Blindproben eine schwache Abnahme der Extinktion durch die Temperaturbelastung bei 30 °C zu beobachten. Dieses Verhalten wird bei 90 °C verstärkt und ist durch einen exponentiellen Abfall der Extinktion zu beschreiben. Dies lässt den Schluss zu, dass vorhandene Chromophore in einer wässrigen EMIMAc-Lösung nicht thermisch stabil sind und bereits bei moderaten Temperaturen zerfallen, wodurch eine scheinbare Reinigung erzielt wird. Weiterhin zeigt Abb. 4.32, dass die Halbwertszeit der Entfärbung mit Aktivkohle bei 90 °C auf ca. 2,5 h sinkt. Demnach wird die Entfärbung von EMIMAc einerseits durch höhere Temperaturen begünstigt und zusätzlich durch die Anwesenheit von Aktivkohle beschleunigt. Dabei kommt es zur Überlagerung der einzelnen Entfärbungsmechanismen, wodurch diese nicht unabhängig voneinander bewertet werden können.

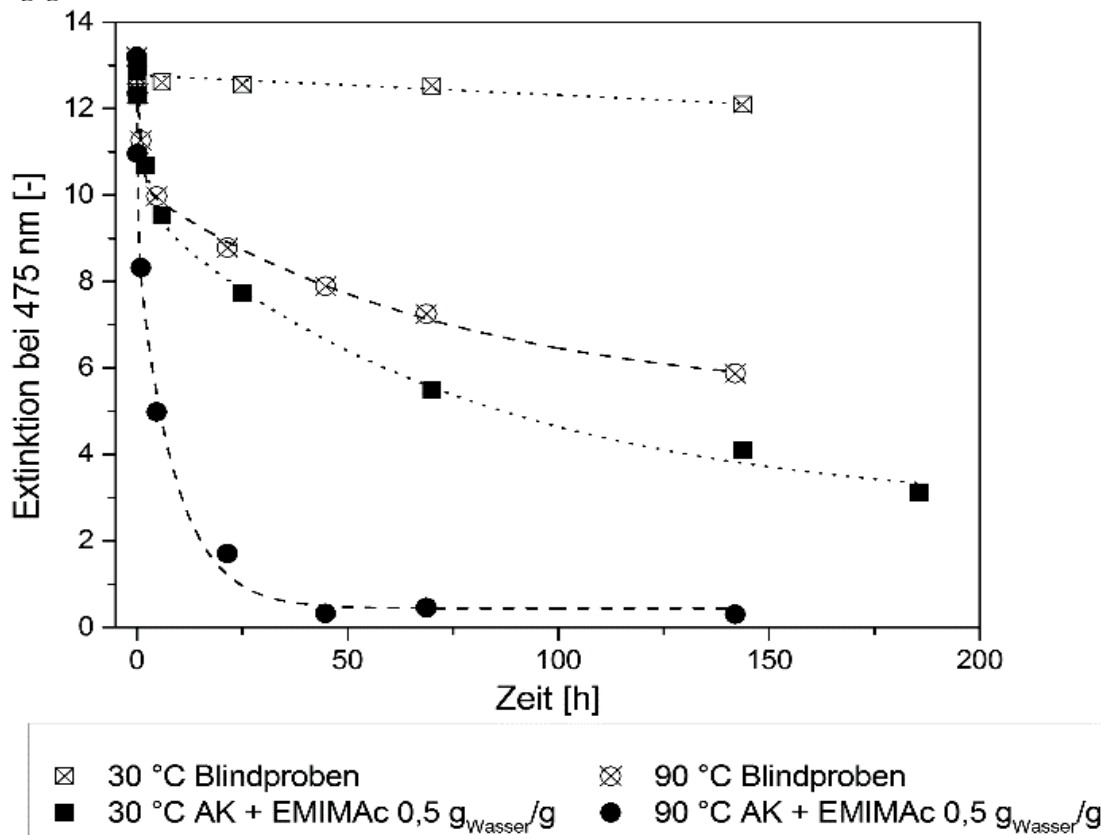


Abb. 4.32: Kinetik der Entfärbung von wässrigen EMIMAc-Lösungen bei 30 °C (Quadrate) und bei 90 °C (Kreise). Jeweils mit (volle Symbole) und ohne (offene Symbole) Zugabe von Aktivkohlegranulat.

Kontinuierliche Entfärbung

Um den Reinigungsprozess näher an eine industrielle Anwendung zu führen sowie die einzelnen Entfärbungsmechanismen genauer zu untersuchen, soll die dynamische Messung der Entfärbung anhand einer selbst-gepackten Durchflusssäule in einem LC-Aufbau untersucht werden. In der aktuellen Forschungsarbeit werden Durchbruchkurven bei verschiedenen Temperaturebenen und Verweilzeiten aufgenommen. So kann der Einfluss verschiedener Entfärbungsmechanismen variiert

und untersucht werden. Ebenso kann die Regenerierbarkeit der Aktivkohlesäulen anhand verschiedener Lösemittel untersucht und optimiert werden. Schließlich können die erhaltenen Daten für einen optimierten Betrieb zur kontinuierlichen Entfärbung von EMIMAc Lösungen dienen.

Dieses Projekt wurde durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Energie (BMWi) gefördert.

4.3.6 Integration ökologischer Aspekte für ein nachhaltiges Prozessdesign in der spezialchemischen Produktion (Mandy Wesche, M.Sc.)

Nachhaltigkeit stellt mittlerweile einen wichtigen Aspekt in der Strategie vieler Unternehmen der chemischen, spezialchemischen und pharmazeutischen Industrie dar. Neben sozialen und ökonomischen Faktoren erhalten vor allem ökologische Betrachtungen eine immer größer Aufmerksamkeit bei der Verbesserung bestehender Prozesse und dem Design neuer Produktionsprozesse und Anlagen.

Die Ermittlung der ökologischen Aufwendungen eines Produktionsprozesses setzt die Erfassung aller relevanten Inputs und Outputs voraus, siehe Abb. 4.33. Inputseitig gehören dazu die eingesetzten Edukte, Hilfsstoffe (wie z. B. Katalysatoren oder Lösemittel) und der Verbrauch an Betriebsstoffen (u. a. Wärmeträgermedien, Inertgase oder Reinigungsmittel). Hinzu kommt der Stromverbrauch. Outputseitig sind die durch den Produktionsprozess anfallenden Emissionen und Reststoffe sowie das Produkt zu erfassen. Die Bewertung eines Prozesses erfordert außerdem die Einbeziehung der Aufwendungen, die mit der Bereitstellung und Entsorgung sowie Instandhaltung und Wartung der Produktionsanlage einhergehen. Dies umfasst sowohl die Apparate (Trockner, Zentrifugen, etc.), Geräte und Maschinen (Pumpen, Waagen, etc.) als auch die Infrastruktur (Tanklager, MSR-Technik, etc.).

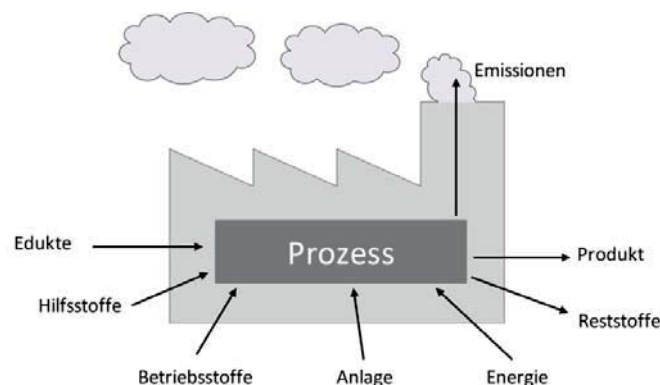


Abb. 4.33: Für die Bewertung eines Produktionsprozesses relevante Inputs und Outputs³

³ Wesche, M.; Häberl, M.; Kohnke, M.; Scholl, S.: Ökologische Bewertung von Produktionsprozessen in Mehrproduktbatchanlagen, Chem. Ing. Tech. 87 (2015), S. 203

Die ökologische Bewertung erfolgt durch Verknüpfung der bilanzierten Input- und Outputmengen mit generischen Daten aus Datenbanken, wie z. B. ecoinvent, GaBi oder ELCD, die die entsprechenden Elementarflüsse hinzufügen. Anschließend werden die ökologischen Auswirkungen in verschiedenen Umweltproblembereichen (z. B. Klimaänderung, Humantoxizität) unter Verwendung geeigneter Wirkungsabschätzungsmodelle berechnet. Die Berücksichtigung der in Abb. 4.33 dargestellten Klassifizierung der Inputs und Outputs bei der Datenerfassung ermöglicht verschiedene Schwerpunktanalysen, die die Identifizierung und Quantifizierung von Einflussparametern im untersuchten Prozess unterstützen.

In der spezialchemischen Industrie kommen häufig Mehrzweckanlagen zum Einsatz, in denen verschiedene Produktionsprozesse durch die modulare Kombination unterschiedlicher Grundoperationen (GO) betrieben werden können. So können verschiedene Produkte oder Zwischenstufen flexibel, in Abhängigkeit von Marktanforderungen, hergestellt werden. Diese Anlagen sind gekennzeichnet durch ein festes Portfolio von GO und zur Verfügung stehendes Equipment – neue Prozesse müssen daher ausrüstungsorientiert entworfen werden. Die ökologische Bewertung solcher Produktionsprozesse ist aufgrund der Anlagen- und Prozessgestaltung mit Herausforderungen verbunden: Zum einen müssen die Verbrauchsdaten eines einzelnen Prozesses abhängig vom belegten Equipment ermittelt werden, ergänzt um die anteiligen Aufwendungen der zentralen Anlagenbestandteile. Zum anderen sind die ökologischen Aufwendungen die aus Bereitstellung, Instandhaltung und Wartung sowie Entsorgung der Mehrzweckanlage den verschiedenen Produktionsprozessen, die in der Anlage betrieben werden, zuzuordnen.

Modellierung von Produktionsprozessen

Zur Abschätzung der ökologischen Aufwendungen einzelner Produktionsprozesse sowie dem Betrieb der Anlage wurde ein hierarchisch strukturierter und modular aufgebauter Modellierungsansatz bestehend aus drei Ebenen entwickelt. Der Ansatz basiert auf dem Konzept der GO, aus denen Prozesse aufgebaut sind. In der ersten Ebene werden die einzelnen GO differenziert abgebildet. Die zweite Ebene bildet die Prozesse durch Verknüpfung der GO ab. Die dritte Ebene repräsentiert die durch den Prozess genutzte betriebliche Infrastruktur mit den zur Verfügung stehenden Betriebsnetzen, Entsorgungswegen, etc. Diese Modellierung ermöglicht durch die Zerlegung der Grundoperationen in ihre Prozessschritte die individuelle Anpassung dieser auf die verschiedenen Prozesse. Dazu werden mittels parametrisierter Beschreibung apparative (Abmessungen, Material, Beheizungsart und -medium, etc.) und prozesstechnische Zusammenhänge (Drücke, Temperaturen, etc.) berücksichtigt. So können die Grundoperationen abhängig von Produkt und zugehöriger Produktionsmenge durch Variation der Betriebsbedingungen, der eingesetzten Edukte und Hilfsstoffe sowie der belegten Apparate individuell auf den jeweiligen Prozess angepasst werden. Der Ansatz bietet die Möglichkeit, sowohl die verschiedenen Prozesse als auch Variationen in der Prozessgestaltung effizient zu vergleichen.

Berücksichtigung der Anlage in der ökologischen Bewertung

Bei der ökologischen Bewertung von Produktionsprozessen, die in Mehrzweckanlagen betrieben werden, müssen - wie oben beschrieben - die mit Bereitstellung, Instandhaltung und Wartung einhergehenden Aufwendungen im Betrachtungszeitraum transparent zugeordnet werden. Dabei muss berücksichtigt werden, dass bei Produktionen in Mehrzweckanlagen die Belegung der einzelnen Apparate durch die GO verschiedener Prozesse abhängig ist vom Bedarf am Markt. Außerdem ist das Produktportfolio gekennzeichnet durch kurze Produktlebenszyklen. I.d.R. sind diese Lebenszyklen deutlich kürzer als die erwartete Lebensdauer der Anlage, die maßgeblich von betrieblichen Einflussgrößen (z. B. Auslastung, Prozessparameter, Korrosivität und Abrasivität von Einsatzstoffen) abhängt. Daher wurde ein generischer Ansatz entwickelt, der sich an der steuerlichen Abschreibung von Investitionsgütern lt. AfA-Tabellen des Bundes orientiert. Die ökologischen Aufwendungen für Bereitstellung und Entsorgung der Anlagen werden in diesem Ansatz linear über zehn Jahre abgeschrieben. Der ökologische Aufwand, der mit der Instandhaltung und Wartung einhergeht, wird für die ersten zehn Jahre mit 5 % angenommen und steigt anschließend um 2 % pro Jahr bis zu einem Maximum von 15 %. In Abb. 4.34 ist der zeitliche Verlauf dargestellt. Vereinfacht wird für die ökologische Bewertung ein zeitlich konstanter Aufwand von 15 % angenommen.

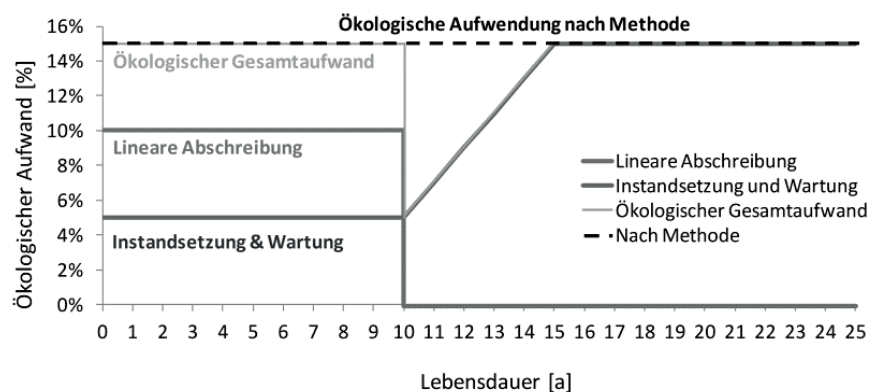


Abb. 4.34: Zeitlicher Verlauf der ökologischen Abschreibung der Aufwendungen für die Produktionsanlage

Die jährlichen ökologischen Aufwendungen sind abschließend auf die Produktionsprozesse, die im Betrachtungszeitraum in der Mehrzweckanlage betrieben werden, zu verteilen. Dazu wurden vier verschiedene Allokationsansätze mit unterschiedlichem Detaillierungsgrad untersucht. Der einfachste Ansatz berücksichtigt lediglich die Anzahl der Prozesse, die in den einzelnen Apparaten betrieben werden. Bei drei Prozessen wären z. B. die ökologischen Aufwendungen der betroffenen Apparate zu je 1/3 dem jeweiligen Prozess zuzuordnen. Der nächst höhere Detaillierungsgrad betrachtet die Anzahl der Ansätze des jeweiligen Prozesses. Im nächsten Detaillierungsgrad wird zusätzlich die Häufigkeit der Belegung je Ansatz erfasst. So wird

berücksichtigt, dass ein einzelner Apparat, z. B. Rührwerksapparat, während des gleichen Prozesses sowohl für die Abtrennung von Lösemitteln als auch für eine Kühlungskristallisation zum Einsatz kommen kann. Der Ansatz mit dem höchsten Detaillierungsgrad bezieht außerdem die Dauer der einzelnen Belegungen mit ein.

Abb. 4.35 zeigt die Anwendung der verschiedenen Allokationsansätze, basierend auf einem Beispiel von 14 untersuchten Produktionsprozessen einer Mehrzweckanlage. Die Daten wurden von der Fa. Merck KGaA, Darmstadt, im Rahmen des Verbundforschungsprojektes InnovA² zur Verfügung gestellt.

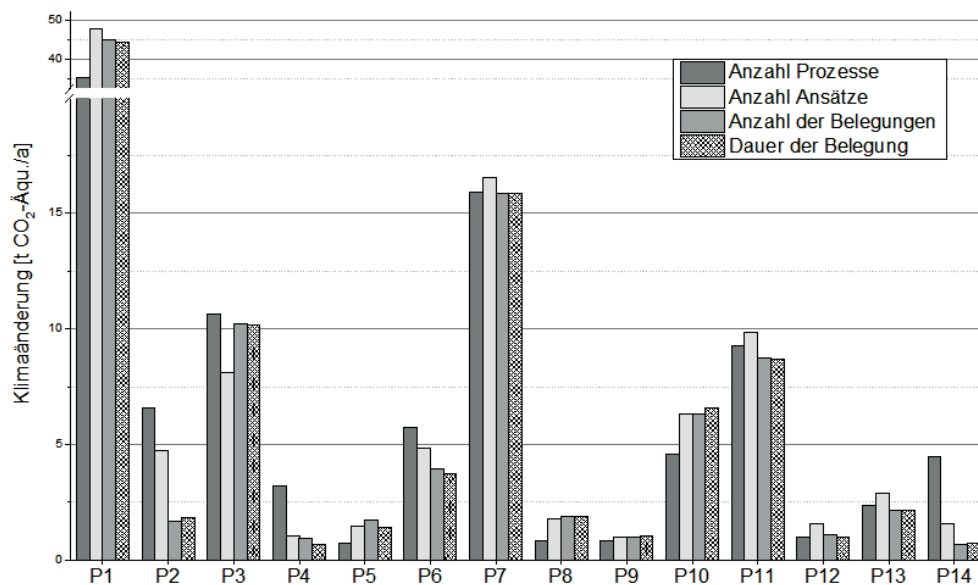


Abb. 4.35 Anwendung der Allokationsansätze (Wirkungskategorie Klimaänderung nach CML-IA, Bezugszeitraum 100 a)

Die ökologischen Aufwendungen der an den untersuchten Prozessen beteiligten Apparate wurden nach den oben beschriebenen Detaillierungsgraden allokiert: Anzahl Prozesse, Anzahl Ansätze, Anzahl der Belegungen und Dauer der Belegung. Die ersten Untersuchungen haben gezeigt, dass bei einer akzeptierten Abweichung von 25 % auf den Detaillierungsgrad Belegungsdauer verzichtet werden kann. Im Hinblick auf die Daten, die für diesen höchsten untersuchten Detaillierungsgrad zur Verfügung stehen müssen, scheint dies ein sinnvoller Kompromiss zwischen Aufwand und Unschärfe zu sein.

Der entwickelte Ansatz begegnet damit den spezifischen Herausforderungen, die bei der ökologischen Bewertung von Produktionsprozessen in Mehrzweckanlagen verbunden sind. Weitere Forschung richtet sich zukünftig auf die systematische Quantifizierung von ökologischen Verbesserungspotentialen für bestehende Produktionskonzepte.

Die Arbeiten wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung (BMBF) im Rahmen der Fördermaßnahme „Chemische Prozesse“ gefördert.

4.3.7 Wärmeintegration im Produktionsprozess – Energierückgewinnung an Drehrohröfen im Rahmen einer Ressourceneffizienzanalyse (Dipl.-Ing. André Paschetag)

Zur Reduktion produktionsbedingter Treibhausgasemissionen müssen neben den direkten Emissionen und der unmittelbar mit einem Produktionssystem oder Verfahren verbundene Energieverbrauch betrachtet werden. Hierbei ist es vor allem in der materialintensiven chemischen Industrie wichtig, die Klimawirksamkeit der eingesetzten Rohstoffe sowie die stellenweise komplexe Vernetzung der Produktionsanlagen bei der Systemoptimierung berücksichtigt werden. Zur ganzheitlichen Betrachtung dieser Aspekte müssen sowohl verfahrenstechnische, ökobilanzielle, ökonomische und optimierungsorientierte Ansätze berücksichtigt werden. Dies bedeutet, dass eine Verknüpfung der verschiedenen Methoden wesentlich zur Steigerung der Ressourceneffizienz und zur Reduzierung der Treibhausgasemissionen beitragen kann. Die Berücksichtigung dieser Zusammenhänge sowie die Bewertung und Auswahl geeigneter Analyse- und Planungstechniken stellt dabei insbesondere kleine und mittelständische Unternehmen vor enorme personelle und ressourcenintensive Herausforderungen. Aus diesem Grund wurde im Rahmen des BMBF-Forschungsprojektes *InReff* (Integrierte Ressourceneffizienz-Analysen zur Reduzierung der Klimabelastung von Produktionsstandorten in der Chemischen Industrie) das Ziel verfolgt, in der chemischen Industrie etablierte Methoden der Verfahrensentwicklung und -planung, wie z. B. Fließbildsimulation (FBS), Wärmeintegrationsanalyse, Stoffstromanalyse, Material Flow Cost Accounting (MFCA) und Life Cycle Assessment (LCA), im Sinne einer kohärenten Vorgehensweise zu kombinieren und durch eine IT-basierte Werkzeugumgebung für integrierte Ressourceneffizienzanalysen zu unterstützen. Neben der Methodenentwicklung wurde das entwickelte Konzept anhand von Fallbeispielen aus der Industrie getestet.

Fallbeispiel – Hartmetallrecycling bei der H.C. Starck GmbH

In Zusammenarbeit mit der H.C. Starck GmbH, Goslar, wurde eine Prozesskette zur Wolframrückgewinnung aus Hartmetallschrotten untersucht. Der Prozess setzt sich aus absatzweise ablaufenden Verfahrensschritten zusammen, startend mit einer Oxidation und Einschmelzung der eingesetzten Rohstoffe. Dies können sowohl Schrotte unterschiedlichster Art als auch Erze sein, die in der Regel als Schrottmix variierender Zusammensetzung verwendet werden. Je nach Rohstoffmix werden unterschiedlichste Vorbereitungsschritte durchlaufen, wie z. B. Schmelzen im Drehtrommel oder Rösten im Drehrohröfen. Die erzeugten Schmelzen werden im Folgenden zerkleinert, aufgeschlossen und anschließend mittels starker Laugen gelöst und filtriert. Das erhaltene Filtrat wird im Anschluss mittels Kristallisationen, Filtrationen und Extraktionen gereinigt. Zur Gewinnung von möglichst reinem Wolframmetallpulver wird das Wolframsalz in Abhängigkeit von der geforderten Produktqualität in einem Drehrohröfen thermisch behandelt. Hierbei haben sowohl die Temperatur, die Verweilzeit im Ofen, der Durchsatz sowie die Atmosphäre im Ofen Einfluss auf die Korngröße und Struktur der Agglomerate des erzeugten

Wolframoxidpulvers. Eine Reduktion des Oxidpulvers, die unter Zufuhr von Wasserstoff als Reduktionsmittel und Wärme in Drehrohr- oder Durchschuböfen betrieben wird, führt zum Wolframmetallpulver. Im finalen Verfahrensabschnitt der Recyclingkette, der Karburierung, wird das Metallpulver nach Zugabe von Ruß durch Wärmezufuhr unter Wasserstoffatmosphäre in Drehrohr- oder Durchschuböfen zu Wolframcarbit weiterverarbeitet.

Ressourceneffizienzanalyse

Auf Basis der Information aus den Ergebnissen der Fließbildsimulation und den Analysen der Materialstrommodellierung wurden für die Reduktion Analysen im Hinblick auf Wärmerückgewinnungspotentiale am Drehrohrföfen durchgeführt. Abb. 4.36 zeigt die schematische Darstellung aller Stoff- und Energieflüsse des betrachteten Drehrohrföfens.

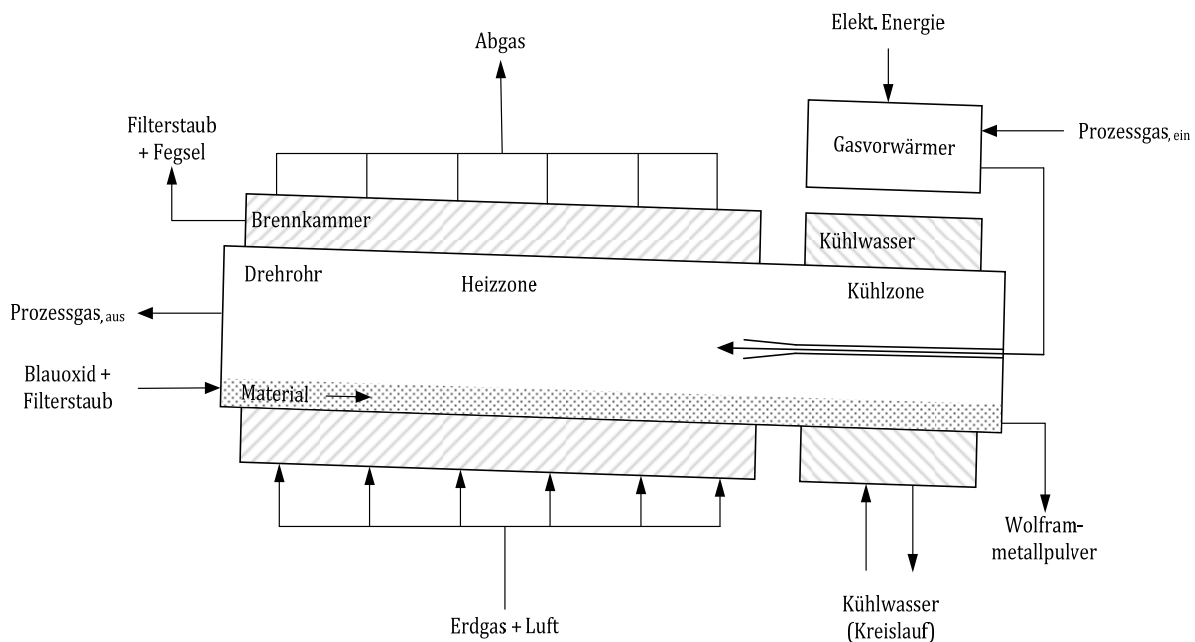


Abb. 4.36: Schematische Darstellung der Reduktion im Drehrohrföfen

Die Analysen unter Berücksichtigung der prozesslichen Randbedingungen, wie z. B. geforderte Temperaturen, Partikelbelastung der Gasströme oder die sicherheitstechnischen Anforderungen in Bezug auf den Explosionsschutz, ergaben die in Tab. 4.1 aufgeführten vier möglichen Wärmeintegrationsszenarien. Neben den ersten drei betrachteten Szenarien, welche die direkt mit dem Brenner verbundenen Stoffströme betrachten, wurde außerdem die Möglichkeit der Nutzung der Abgaswärme für die Desorption des Prozessgases in der Aufreinigung in Szenario 4 untersucht.

Die identifizierten Szenarien wurden mittels Short-Cut Design hinsichtlich der theoretisch möglichen Einsparpotentiale, Machbarkeiten, Integrierbarkeit in die entstehende Anlage bei geringem Platzangebot untersucht und abschließend bezüglich ihrer ökologischen und ökonomischen Einsparpotentiale evaluiert. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.2 dargestellt.

Tab. 4.1: Identifizierte Möglichkeiten der Wärmeintegration

	Wärmeintegrationsmaßnahme	Einsparung von
Szenario 1	Prozessgasvorwärmung mit Brennerabgas	elektr. Energie
Szenario 2	Prozessgasvorwärmung mit Prozessgas _{aus}	elektr. Energie
Szenario 3	Verbrennungsluftvorwärmung mit Abgas	Erdgas
Szenario 4	Nutzung Abgaswärme bei Desorption in Prozessgas-Rückgewinnung	elektr. Energie

Tab. 4.2: Ergebnisse der Ressourceneffizienzanalyse

	Szenario 1	Szenario 2	Szenario 3	Szenario 4
Energieeinsparung	14 %	28 %	13 %	5 %
Einsparung an Treibhausgasemissionen	Mittel	Hoch	Sehr gering	Gering
Einsparung Betriebskosten	Hoch	Sehr hoch	Gering	Sehr gering

Die Einsparungen durch die Vorwärmung des eintretenden Prozessgases mit dem austretenden, heißen Prozessgas in Szenario 2 zeigten die höchsten potentiellen Energieeinsparungen auf. Dies ist vor allem durch die hohe spezifische Wärmekapazität des Prozessgases begründet, wodurch die Wärmeintegration vereinfacht wird. Einsparungen in diesem Szenario betreffen vor allem die benötigte elektrische Energie für die Prozessgasvorwärmung sowie die Einsparung an Erdgas für die installierten Brenner. Bedingt durch die hohe Energieeinsparung zeigen sich in Szenario 2 ebenfalls die größten Einsparungen an Betriebskosten sowie eine Reduzierung der Treibhausgasemissionen. Die in Szenario 1 betrachtete Wärmeintegration zwischen dem heißen Brennerabgas und dem eintretenden Prozessgas wiesen auf Grund der niedrigen Wärmekapazität des Brennerabgases deutlich schlechtere Ergebnisse auf. Das niedrigste Energieeinsparungspotential wies Szenario 4, die Nutzung der Abgaswärme bei der Desorption in der Prozessgasaufreinigung auf, wobei

trotzdem noch eine höhere Einsparung an Treibhausgasemissionen im Vergleich zu Szenario 3 möglich ist. Dies liegt vor allem daran, dass in Szenario 3, der Verbrennungsluftvorwärmung mit heißem Brennerabgas, zwar Erdgas eingespart werden kann, allerdings ein zusätzlicher Ventilator zur Umwälzung der großen Luftmengen notwendig wäre. Abschließend müssen die identifizierten Potentiale noch im Hinblick auf ihre technische Machbarkeit geprüft werden.

Dieses Forschungsprojekt wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung (BMBF) im Rahmen der Fördermaßnahme „Technologien für Nachhaltigkeit und Klimaschutz – Chemische Prozesse“ gefördert.

4.3.8 Skalierbare Milli- und Mikroproduktionstechnik zur energieeffizienten, kontinuierlichen Fertigung in der Prozessindustrie – Mi²Pro

(Dipl.-Ing. Marcus Möbius; Dipl.-Ing. Nils Warmeling; Mandy Wesche, M.Sc.; Stefan Jahnke, M.Sc.; Christoph Spiegel, M.Sc.)

In diesem Forschungsprojekt stehen absatzweise betriebene Prozesse, die einen Großteil der Produktion in der Prozessindustrie darstellt, im Fokus der Untersuchungen. Eine Steigerung der Energie- und Ressourceneffizienz solcher Batchprozesse stellt Prozessdesigner und Anlagenbetreiber vor erheblichen Herausforderungen. Die Entwicklung der nationalen und internationalen Märkte verlangt eine immer größere Flexibilität in der Produktion und somit qualitätsgeführte Produktionstechnologien, um benötigte Kapazitäten, Produktvarianz sowie hohe und sichere Produktqualitäten zu gewährleisten. Verschärft wird dies zusätzlich durch immer kürzere Produktlebenszyklen, die eine langjährige Verfahrensentwicklung und –ausarbeitung in verschiedenen Maßstäben nicht mehr erlauben. Daher gilt es, neue, flexible, effiziente, zielgerichtete und skalierbare Ansätze zu entwickeln und in der Produktion zu etablieren, um so die Wettbewerbsfähigkeit der Unternehmen zu stärken.

Als ein vielversprechenden Ansatz zur Gestaltung solcher innovativen, ressourcenschonender und qualitätsoptimierter Produktionskonzepte wird die skalierbare und mit Hilfe von Echtzeit-Inline-Analytik geführte Milli- und Mikroproduktionstechnik in einer kontinuierlichen Prozessführung angesehen (siehe Abb. 4.37).

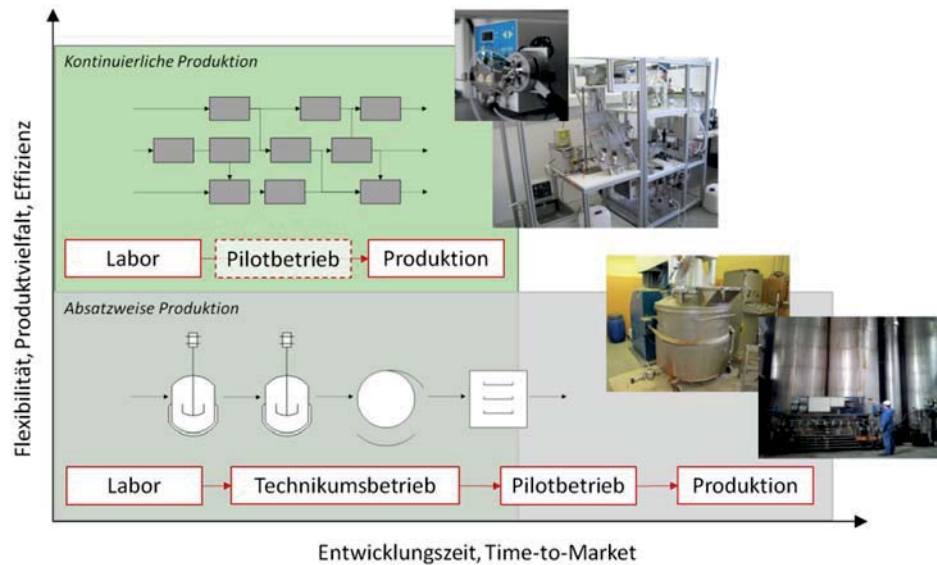


Abb. 4.37: Verkürzte Entwicklungszeiten sowie Steigerung der Flexibilität, Produktivität und Effizienz bei Einsatz einer modular strukturierten, kontinuierlichen Produktion unter Verwendung von skalierbaren Milli- und Mikrokomponenten

Das Projektkonsortium besteht aus vier produzierenden Unternehmen aus unterschiedlichen Branchen der Prozessindustrie, einem Anbieter von Prozessmesstechnik sowie drei Forschungseinrichtungen. Die produzierenden Industriepartner repräsentieren klein- und mittelständische Unternehmen aus den Bereichen Biotechnologie und Spezialchemie sowie Vertretern der Großindustrie mit Schwerpunkt Spezialchemie, pharmazeutische Produktion und Lebensmittelindustrie.

Das ICTV unterstützt die Industriepartner in der Entwicklung und Absicherung von Verfahrenskonzepten für eine kontinuierliche Prozessgestaltung und die Forschungspartner bei der Entwicklung und anwendungsbezogenen Charakterisierung milli- und mikrostrukturierte Komponenten sowie Inline-Analytik. Dies umfasst Laboruntersuchungen wie auch die Unterstützung der Industriepartner bei der Implementierung der erarbeiteten Konzepte in die bestehende Produktion. Die wesentlichen Inhalte der Arbeiten am ICTV umfassen:

- Ausarbeitung einzelner Verfahrensmodule einer Mehrprozessanlage zur Produktion von Lacken und Unterstützung des späteren Transfers in die Produktion sowie eine dafür geeignete Produktionsplanung, Intralogistik und Lagerhaltung.
- Entwicklung eines Konzeptes zur Integration von Rückführungsströmen in der Aminosäureproduktion in einer kontinuierlichen Abfolge einzelner Verfahrensschritte mit Schwerpunkt auf der kontinuierlichen Kristallisation sowie der dazu benötigten Analytik.

- Ausarbeitung und Überführung einer kontinuierlichen Dünnschicht- oder Kurzwegdestillation zur Abtrennung von Lösemitteln und hochsiedenden Nebenkomponenten sowie die Dimensionierung einer zweistufigen Aufarbeitung für eine Produktfamilie in der Spezialchemie im Umfeld einer Mehrzweckanlage.
- Unterstützung bei der Entwicklung von Prozessen zur Nutzung von Nebenströmen in der Ölsaatzverarbeitung zur Steigerung der Effizienz und Erschließung neuer, kommerziell interessanter Anwendungsfelder. Schwerpunkte stellen die gezielte Prozessführung, der Umgang mit Fouling und damit verbunden die Sicherstellung der Betriebsführung dar.

Das Projekt wird vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie (BMWi) gefördert und läuft über drei Jahre mit Start am 01.12.2016.

4.4 Pharmazeutische und biotechnologische Prozesse

4.4.1 Trienzymatisch katalysierte Synthesen

(Dave Hartig, M.Sc.)

Während Saccharide des Alltags, wie etwa Glucose, Fructose oder Saccharose, als Bulk-Chemikalien in großen Mengen und zu niedrigen Preisen hergestellt und verkauft werden, handelt es sich bei einer Gruppe von Sacchariden, die auch als *rare sugars* bezeichnet werden, um Feinchemikalien mit hohen Preisen und geringen Weltmarktkapazitäten. Diese Saccharide bieten interessante Anwendungsmöglichkeiten in der Lebensmitteltechnologie oder in der Entwicklung pharmazeutischer Produkte. Für Produzenten von Bulkzuckern kann es hingegen sinnvoll sein, einen Teil der hergestellten Saccharide in höherwertige Produkte umzuwandeln, um so längere Wertschöpfungsketten und bessere Preise darstellen zu können. Enzymsysteme bieten für diese Veredelung oft sehr gute Ausgangsbedingungen. Neben den milden Reaktionsbedingungen und dem häufigen Verzicht auf Lösungsmittel, sind vor allem die hohe Selektivität und die hohen erreichbaren Ausbeuten der katalysierten Reaktionen ein deutlicher Vorteil gegenüber chemischen Syntheserouten. Darüber hinaus lassen sich nahezu beliebige Saccharide aus günstigen Zuckern durch eine geschickte Aneinanderreihung der Enzymreaktionen darstellen.

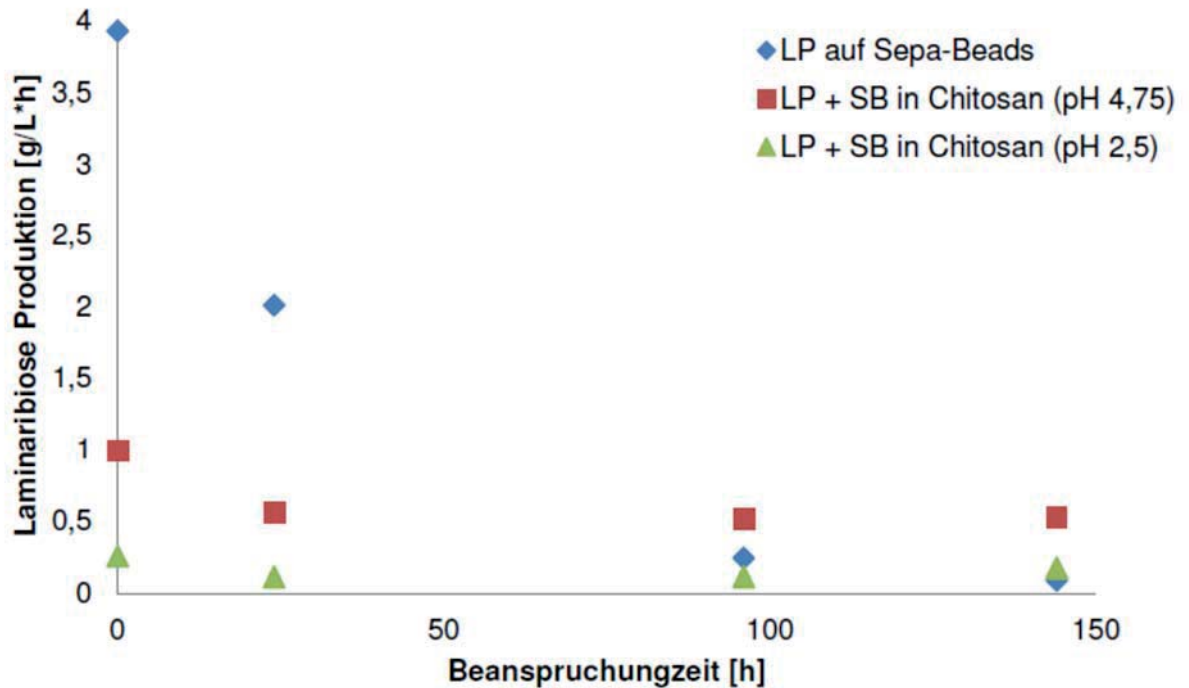


Abb. 4.37 Veränderung der Aktivität von Laminaribiosephosphorylase (LP), die nur auf Sepbabeads immobilisiert wurde (Rauten) und LP, die zusätzlich in Chitosan eingeschlossenen wurde (Vierecke und Dreiecke) unter thermischer und mechanischer Belastung bei Reaktionsbedingungen.

In der hier untersuchten trienzymatischen Synthese soll das hochwertige Saccharid Laminaribiose aus der sehr günstigen Saccharose hergestellt werden. Laminaribiose ist dabei von besonderem Interesse für die pharmazeutische Industrie, etwa als *building block* neuer Wirkstoffe, aufgrund des hohen Preises aber noch nicht umfassend untersucht. Das erste Hindernis auf dem Weg zu einer großskaligen Produktion von Laminaribiose ist dabei die Standzeit der verwendeten Enzyme. Weiterhin soll die Weiterreaktion der Laminaribiose zu höheren Oligosacchariden durch eine reaktionsintegrierte Adsorption unterdrückt und die Reinheit und Ausbeute an Laminaribiose erhöht werden. Zu beiden Schwerpunkten werden im Folgenden einige Ergebnisse dargestellt.

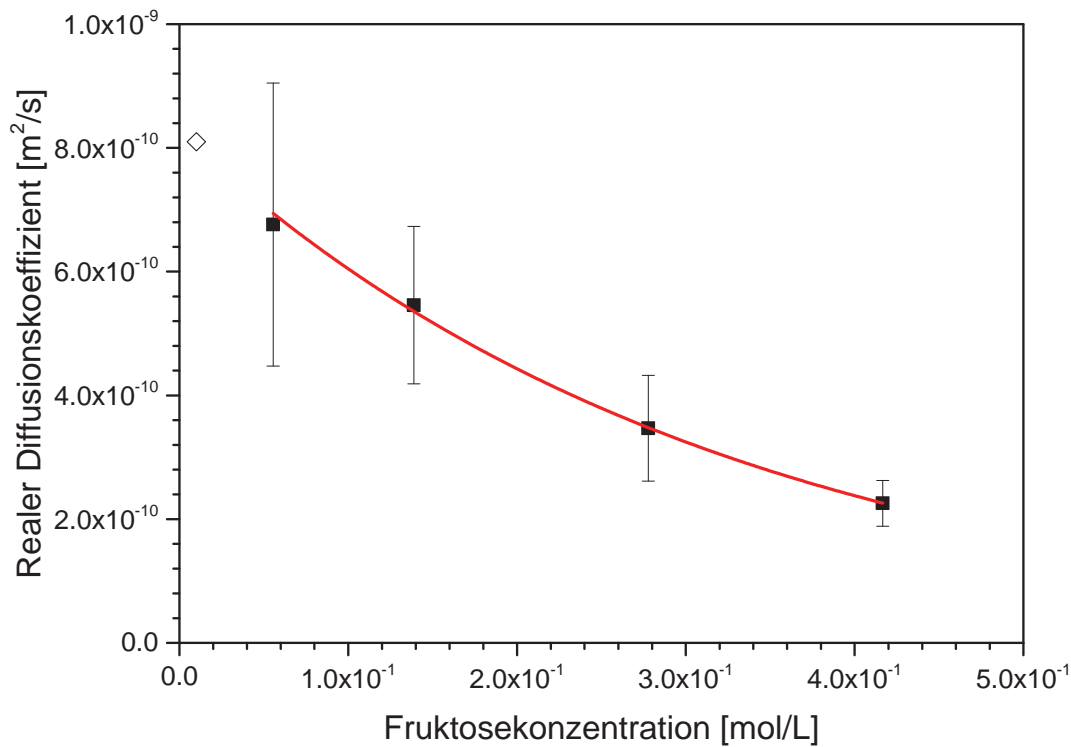


Abb. 4.38: Konzentrationsabhängiger Diffusionskoeffizient von Fructose in Chitosanmembranen mit 2 % Chitosan (Vierecke) und der freie Diffusionskoeffizient von Fructose in Wasser bei unendlicher Verdünnung (offenes Viereck).

Im Zuge der Forschungsarbeiten konnte eine zweistufige Immobilisierung etabliert werden, die eine Handhabung der Enzyme in Reaktoren erlaubt und zudem die Stabilität der Enzyme deutlich erhöht. Die Enzyme werden dabei zunächst kovalent auf einem Epoxy-funktionalisierten Träger gebunden. Diese feste Bindung verhindert ein Ausbluten der Enzyme aus dem Träger. Der folgende Einschluss in Chitosan schützt zum einen die Partikel vor mechanischem Verschleiß und erhöht zusätzlich die Stabilität der Enzyme bei thermischer Beanspruchung unter Reaktionsbedingungen (Abb. 4.37). Da die Enzyme bereits kovalent gebunden sind, kann der Chitosaneinschluss unter milden Bedingungen (pH-Wert nahe dem Optimum der Enzyme und geringe Chitosankonzentration) erfolgen, sodass die Aktivität der Enzyme nur leicht abnimmt und die Diffusion der Edukte und Produkte nur wenig eingeschränkt wird.

Bei der exemplarischen Betrachtung des konzentrationsabhängigen Diffusionskoeffizienten von Fructose in Chitosanmembranen (Abb. 4.38) fällt auf, dass für kleine Konzentration in etwa der freie Diffusionskoeffizient erreicht wird. Mit steigender Konzentration nimmt der Diffusionskoeffizient in Chitosan dann wesentlich

schneller ab als der freie Diffusionskoeffizient. Das lässt auf ein Poren-Diffusionsmodell mit relativ geraden Poren schließen. Ein im Wesentlichen durch Porendiffusion bestimmtes Verhalten lässt zudem erwarten, dass die Gesamtmolarität des Reaktionsansatzes den Diffusionskoeffizienten aller vorhandenen Zucker bestimmt, da der Füllgrad der Poren dafür entscheidend ist. Bei den geplanten Substratkonzentrationen von 0,3 M Gesamtzucker zur enzymatischen Herstellung von Laminaribiose ist daher eine Reduktion der Diffusionskoeffizienten auf etwa ein Drittel im Vergleich zum freien Diffusionskoeffizienten bei unendlicher Verdünnung zu erwarten. Dabei wäre die enzymatische Reaktion immer noch der geschwindigkeitsbestimmende Schritt.

Für die reaktionsintegrierte Adsorption haben sich Extrudate des Zeoliths BEA 150 der Firma Clariant in der Natrium-Form als besonders selektives Adsorbens gezeigt (Abb. 4.39). Die Integration der Adsorption in die MATLAB-Simulation erfolgt mittels Markham und Benton und ermöglicht eine gute Beschreibung der Reaktion über sieben Tage (Abb. 4.40). Bei der anschließenden Aufarbeitung adsorbierten Laminaribiose zeigt sich, dass ein mehrmaliges Waschen mit kaltem Puffer nötig ist, um die ungewünschten Zucker aus der Zwickelflüssigkeit zu entfernen. Zwei Desorptionstufen mit destilliertem Wasser entfernen dann vor allem adsorbierte Fructose und Glucose von den Zeolithen. Kürzere Desorptionszeiten bis etwa 2 Stunden führen zu einer bevorzugten Desorption der Monosaccharide und reduzieren die Laminaribioseverluste. Zuletzt erfolgt eine Verdrängungsdesorption mit einer 5 %-igen Ethanollösung, die alle noch vorhandenen Zucker von den Zeolithen entfernt. Mit dieser Aufarbeitungsstrategie wurden Reinheiten von über 70 % bei Ausbeuten allein in der Aufarbeitung von etwa 25 % erzielt.

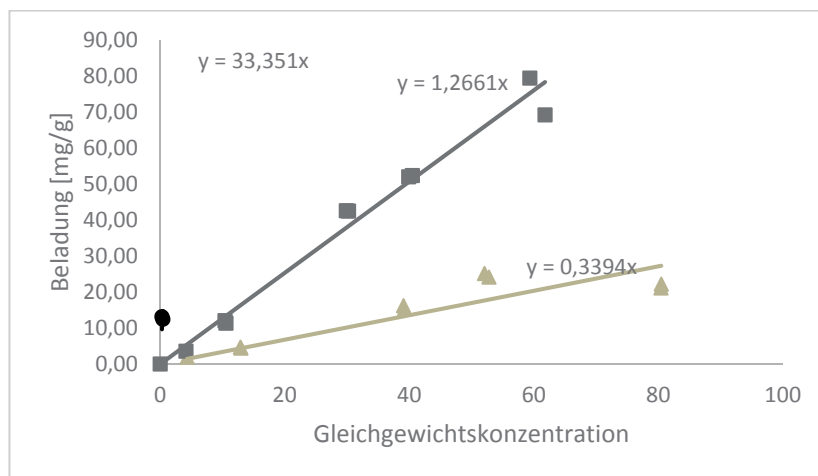


Abb. 4.39: Beladung von Laminaribiose (schwarze Kreise), Fructose (dunkelgraue Vierecke) und Glucose (hellgraue Dreiecke) an BEA 150 Zeolith-Extrudaten in Natrium-Form.

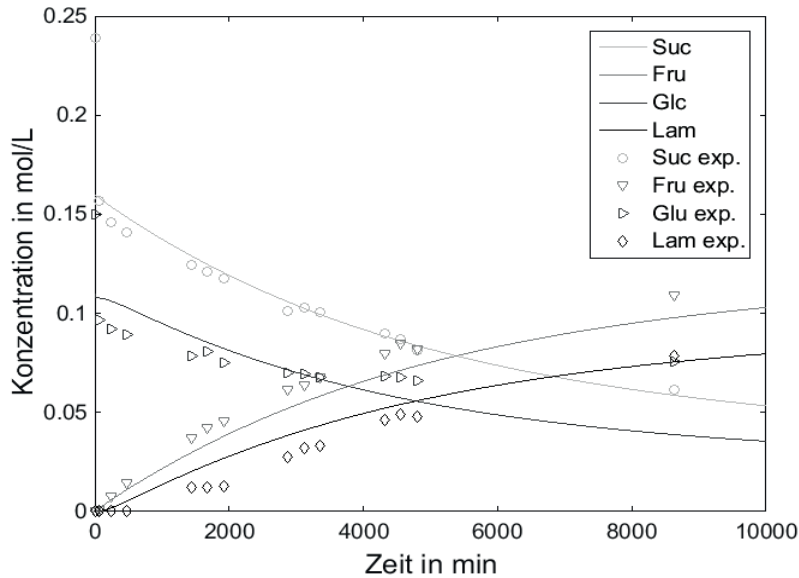


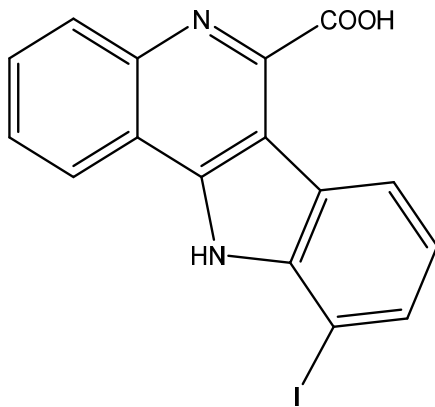
Abb. 4.40: Konzentration verschiedener Stoffe während der bienzymatischen Umsetzung von Saccharose (0,25 M) und Glucose (0,15 M) zu Laminaribiose. Dargestellt sind die experimentellen Daten als Punkte sowie die Ergebnisse der Modellierung als Linien.

Dieses Forschungsprojekt wird von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) gefördert und in Kooperation mit dem Institut für Technische Chemie, Abt. Technologie der Kohlenhydrate, der TU Braunschweig durchgeführt. Die Firma Clariant stellte Zeolithproben zur Verfügung.

4.4.2 Prozessieren von schwer wasserlöslichen Substanzen: DYRK1A-Inhibitoren (Moritz Rehbein, M.Sc.)

In Hirnzellen von Alzheimerpatienten wird eine Überexpression der Proteinkinase DYRK1A beobachtet, was sich negativ auf die Funktion dieser Zellen und somit auf den Patienten auswirkt. Das Institut für Medizinische und Pharmazeutische Chemie (IMPC) der TU Braunschweig hat daher mit dem Molekül 10-Iodo-11H-indolo[3,2-c]chinolin-6-carbonsäure (kurz: KuFal194) einen selektiven Inhibitor dieser Proteinkinase entwickelt⁴ (siehe Abb. 4.41). Wie viele aktuell beforschte Wirkstoffe weisen auch KuFal194 und seine Edukt-Moleküle teils eine sehr schlechte Löslichkeit, besonders in Wasser, auf, was das Prozessieren zusätzlich erschwert. Damit gliedert sich das Projekt in das interdisziplinäre Forschungsvorhaben μ -Props (Processing of Poorly Soluble Drugs at Small Scale) im Kontext des Zentrums für Pharmaverfahrenstechnik (PVZ) ein.

⁴ Falke et al., 10-Iodo-11H-indolo[3,2-c]quinoline-6-carboxylic Acids Are Selective Inhibitors of DYRK1A, Journal of Medical



Protein-kinase	IC ₅₀ [nM]
<u>DYRK1A</u>	<u>6</u>
DYRK1B	600
DYRK2	> 10 ⁵
CLK1	500

Abb. 4.41: Chemische Struktur von KuFal194 und dessen Selektivität, in Form von IC₅₀ Werten

Die Herstellung dieses potenziellen pharmazeutischen Wirkstoffes erfolgt im Labormaßstab absatzweise in sechs Schritten im Rundkolben mit zwischengeschalteter Aufarbeitung, siehe auch Abb. 4.42. Ziel ist es nun, die Herstellung der einzelnen Vorstufenmoleküle zu optimieren und in einem skalierbaren Prozess darzustellen. Dafür wurden die einzelnen Syntheseprozesse zunächst vom IMPC an das ICTV übertragen. Für die apparative Umsetzung kommt, nicht wie üblich, ein Rundkolben im Ölbad zum Einsatz. Vielmehr werden für die Synthese aber auch Aufarbeitungsschritte, wie z.B. die Umkristallisierung, die automatische Synthesestation EasyMax® 102 der Firma Mettler Toledo eingesetzt.

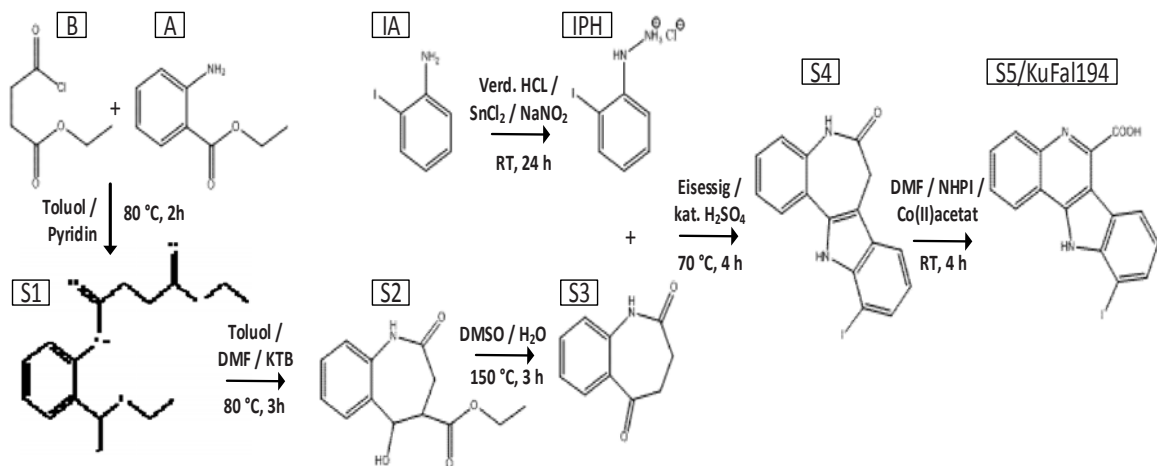


Abb. 4.42: Syntheseroute zur Darstellung des selektiven DYRK1A-Inhibitors 10-Iod-11H-indolo[3,2-c]chinolin-6-carbonsäure (KuFal194)

Diese erlaubt eine weitgehende Automatisierung der Prozesse sowie eine genaue Kontrolle von Parametern wie Temperatur und Rührerdrehzahl und garantiert somit eine gute Wiederholbarkeit der Experimente. Nachfolgend sollen die Prozessschritte charakterisiert und optimiert werden. Von besonderem Interesse sind hier kurze Reaktionszeiten bei gleichzeitig hoher Ausbeute und Reinheit, weswegen ein

besonderes Augenmerk auf die Überwachung des Reaktionsfortschritts bzw. der Kinetik der Reaktionen gelegt wird.

Reaktionsmonitoring und Kinetikuntersuchungen mittels in-situ ATR-FTIR

Bei der Optimierung von chemischen Synthesen ist vor Allem auch die benötigte Reaktionszeit von Interesse. Um die Kinetik von Reaktionen zu ermitteln und zu beschreiben, wird ein in-situ ATR-FTIR Spektrometer eingesetzt. Dieses Gerät ist in der Lage, die Konzentration von Edukt- oder Produktmolekülen direkt in der Reaktionslösung in Echtzeit und mit hoher Frequenz anhand der Änderung von charakteristischen Absorptionsbanden (Abb. 4.43 links) zu bestimmen. Aus den zeitabhängigen Konzentrationsdaten lassen sich kinetische Parameter ableiten, um den Reaktionsverlauf quantitativ, hier am Beispiel der Dealkoxycarbonylierung zur Synthese von S3 aus S2, zu beschreiben. Abb. 4.43 zeigt rechts den Vergleich von modelliertem und gemessenem Konzentrationsverlauf (HPLC) über die Reaktionszeit für drei verschiedene Temperaturen. Aus der Modellierung lassen sich des Weiteren die benötigten Reaktionszeiten für eine nahezu vollständige Umsetzung des Edukts in Abhängigkeit der Temperatur ableiten. Diese Daten können dann zur Optimierung des Syntheseprozesses aber auch zur Auslegung von kontinuierlichen Reaktoren genutzt werden, in denen die Verweilzeit im optimalen Fall der benötigten Reaktionszeit bei gegebener Temperatur entsprechen sollte, um das Verfahren möglichst effizient zu gestalten.

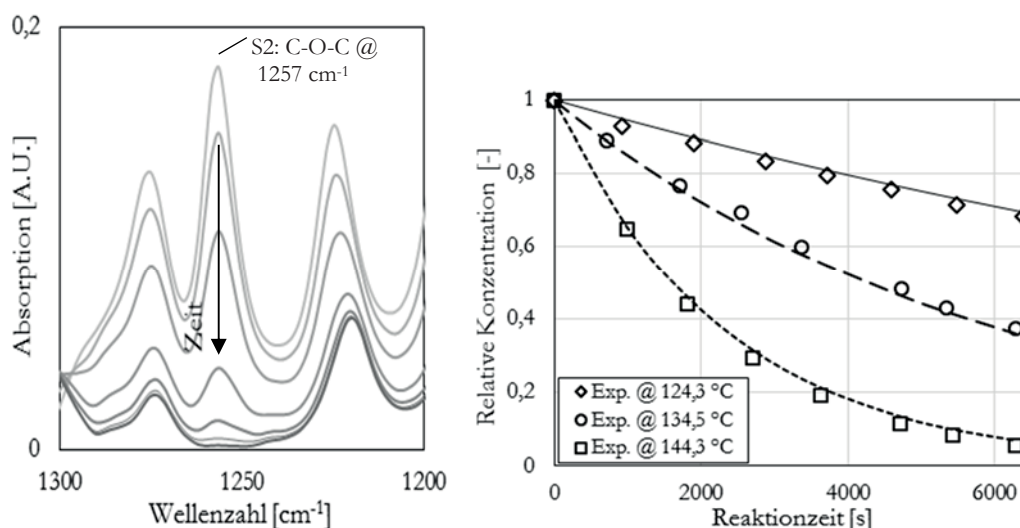


Abb. 4.43: Synthese des Zwischenprodukts S3: (links) Reaktionsspektrum zu verschiedenen Zeitpunkten; (rechts) experimentelle (Symbole) und modellierte (Kurven), zeitabhängige Konzentrationsverläufe des Edukts für drei Temperaturen

Lösemittelscreening mittels COSMO-RS

Bei der Entwicklung neuer Wirkstoffe stellt deren Löslichkeit, besonders in Wasser, aber auch in diversen organischen Lösungsmitteln eine Größe von besonderem Interesse dar. Ersteres beeinflusst die Aufnahme in den Körper des Patienten, während Letzteres wichtig für die Prozessauslegung, wie z.B. eine Umkristallisierung ist. Besonders zu Beginn einer Prozessentwicklung stehen allerdings, wenn überhaupt, nur wenige Löslichkeitsdaten zur Verfügung. Darüber hinaus ist nur wenig Wirkstoff vorhanden, um umfassende Löslichkeitsversuche durchzuführen. Eine Alternative zur Messung stellt die Voraussage der Löslichkeit mit Hilfe thermodynamischer Modelle dar. Im Zuge dieses Projekts wird die COSMO-RS Theorie (Software: COSMOtherm®) verwendet, welches mit einer Kombination aus quantenchemischen Berechnungen und Methoden der statistischen Thermodynamik, in der Lage ist, die temperaturabhängige Löslichkeit von Wirkstoffen in Lösungsmitteln und Lösungsmittelgemischen vorzuberechnen.

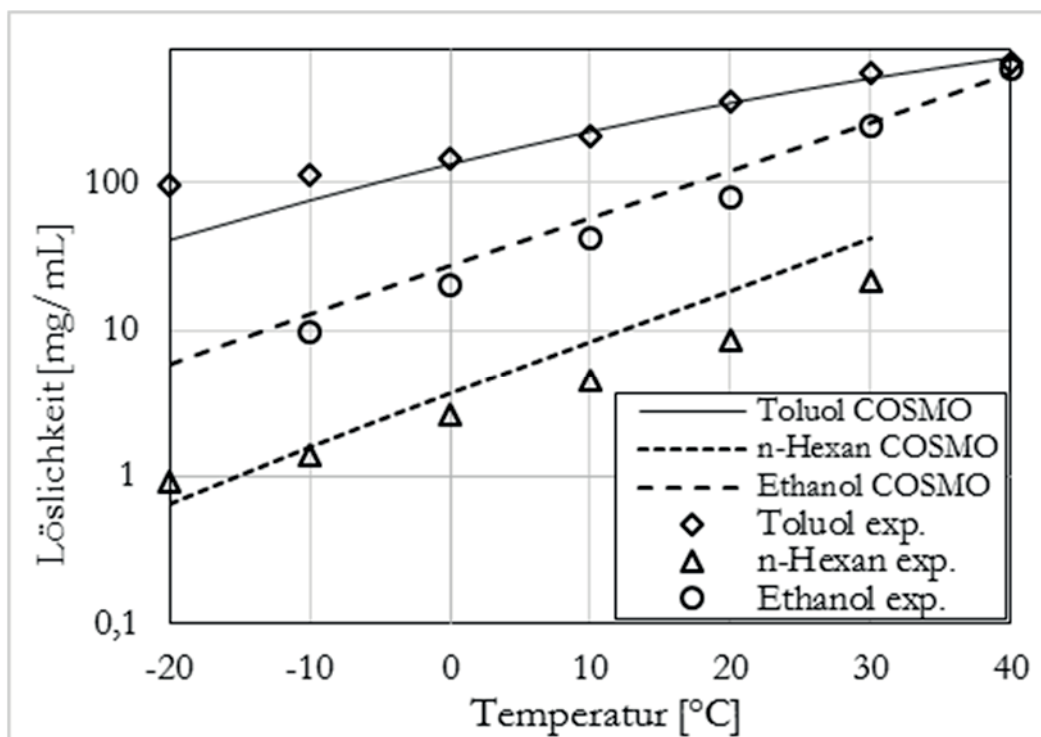


Abb. 4.44: Löslichkeit von S1, Messungen und COSMO-RS Berechnungen

In Abb. 4.44 ist exemplarisch ein Vergleich solcher Berechnungen mit experimentellen Daten für das Vorstufenmolekül S1 in den Lösungsmitteln Toluol, n-Hexan und Ethanol dargestellt. Mit weitaus umfangreicheren Lösemittel-Screenings soll nun das ideale Lösemittel für eine gegebene Trennoperation, wie z.B. die Umkristallisation oder die Extraktion der einzelnen Synthesestufen ausfindig gemacht werden.

Ausblick

Nach bereits erfolgter Darstellung der Batch-Syntheseroute am ICTV erfolgt eine Optimierung der einzelnen Schritte im Hinblick auf Reaktionszeit Ausbeute, und Reinheit. Das Potenzial, durch Zusammenlegen von Prozessschritten oder durch kontinuierliche Darstellung einzelner Prozessschritte Verbesserungen zu erreichen, soll ebenfalls geprüft werden.

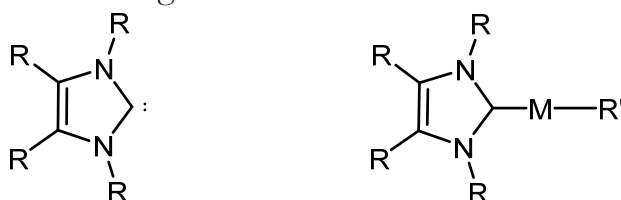
Dieses Projekt wird im Rahmen des Niedersächsischen Promotionsprogramms „Processing of poorly soluble drugs at small scale“ teilweise aus Mitteln des Niedersächsischen Ministeriums für Wissenschaft und Kultur (MWK), dem Georg-Christoph-Lichtenberg-Stipendium des Landes Niedersachsen sowie weiterer externer Partner gefördert.

4.4.3 Prozessieren von schwer wasserlöslichen Substanzen:

M-NHC-Komplexe

(Tobias Sauk, M. Sc.)

Die pharmazeutische Chemie und Syntheseforschung ist stetig auf der Suche nach neuen Molekülen für medizinische Anwendungen (engl. API - Active Pharmaceutical Ingredients). Dies stellt sowohl Synthesechemiker als auch Prozessingenieure vor immer neue Herausforderungen, diese Wirkstoffe in einem Gesamtprozess in hoher Reinheit und Ausbeute herzustellen. Eine Stoffklasse, welcher ein wachsendes Interesse zukommt, sind die *N*-heterozyklischen Carben Metallkomplexe (M-NHC). NHC gelten aufgrund ihrer Eigenschaften als starke σ -Donoren und kinetischen Inertheit als wichtige Liganden für Metallkomplexe. Weiterhin bieten die M-NHC, wie schon aus Abb. 4.45 ersichtlich, ein hohes Maß an Variationsmöglichkeiten. Zu den möglichen Metallen zählen unter anderem Gold, Silber und Rhodium. Ausgehend von einem Goldkomplex deuten aktuelle Veröffentlichungen und Forschungsarbeiten darauf hin, dass diese Komplexe eine hohe Selektivität im Bereich der Krebsforschung haben. Diese und auch weitere Metallkomplexe wie z.B. mit Rhodium sind infolgedessen Ziel intensiver Forschung in diesem Projekt.



R, R' = Alkyl, Benzol, etc.
M = Ag, Au, Rh, Ru

Abb. 4.45: Allg. Darstellung eines *N*-Heterozyklischen Carbene (links) und eines metallorganischen NHC Komplexes (rechts)

Synthesetransfer und Optimierung

Die Arbeit für den Prozessingenieur beginnt mit der Übersetzung der Synthese und Aufarbeitung in ein für den Ingenieur übliches Vorgehen sowie deren Übertragung auf das zur Verfügung stehende Equipment. Dies geschieht auf Basis von Laborprotokollen der Kooperationspartner aus der Pharmazie. Die darin enthaltenen Arbeitsabläufe werden dabei in einzelne Grundoperationen (z.B. Extraktion, Kristallisation) aufgeschlüsselt. Anschließend kann die Optimierung des Gesamtprozesses oder einzelner Prozessschritte durchgeführt werden.

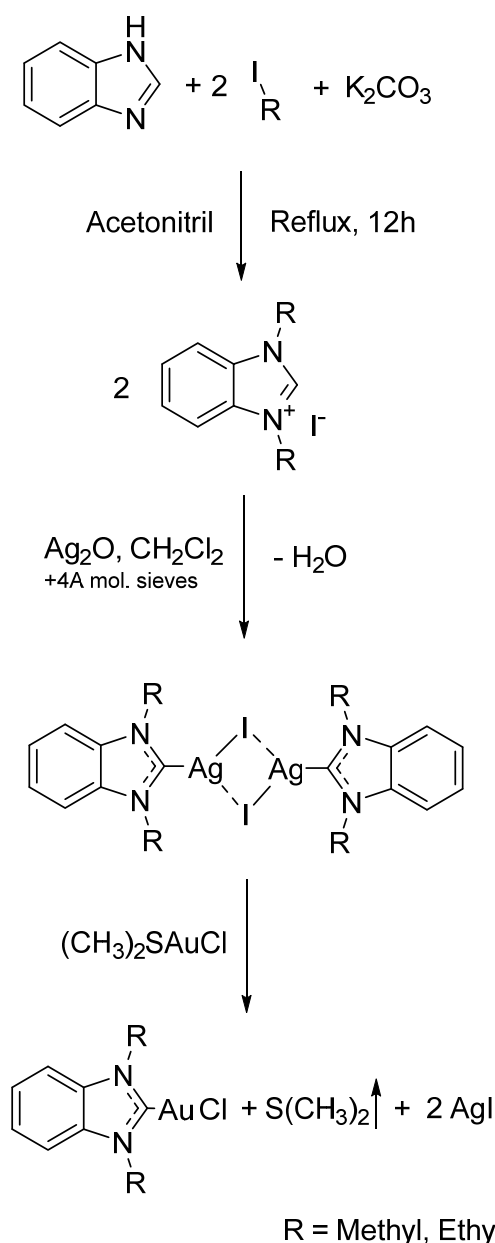


Abb. 4.46: Reaktionsgleichungen der M-NHC-Synthesen mit Alkylgruppen und Gold als Metallkomponente

Nach diesem Vorgehen erfolgt die Übertragung und Optimierung der Synthesen und der Aufarbeitung von 1,3-Diethyl-1H-benzo[d]imidazol-3-ium-Iodid ($D_{Et}BI$), 1,3-Dimethyl-1H-benzo-[d]imidazol-3-ium-Iodid ($D_{Me}BI$). Beide Substanzen unterscheiden sich durch die verwendeten Alkylhalogenide (Methyl- und Ethyliodid) und dienen als Ausgangsstoff für die folgende Metallierung zu einem Silberübergangskomplex und abschließende Transmetallierung zum pharmazeutisch relevanten Goldkomplex (siehe Abb. 4.46).

Jede dieser Stufen stellt eine Mehrphasenreaktion mit einer festen und flüssigen Phase dar. Dies führt dazu, dass sich im Rahmen der Optimierung die Durchmischung und Oberfläche der Reaktanden neben den übrigen Parametern wie der Temperatur, Lösungsmittelzusammensetzung und anderen als besonders entscheidend herausstellen. Auch im Rahmen der Optimierung der Aufarbeitung erweist sich dies als Herausforderung, da sowohl eine hohe Reinheit als auch Ausbeute gewünscht ist. Es gilt daher, die beteiligten Grundoperationen wie Filtration, Extraktion oder auch Kristallisation, so zu gestalten, dass die Überführungsverluste so gering wie möglich gehalten werden.

Prozessüberwachung und Kontrolle

Neben der Etablierung und Optimierung von Synthese und Aufarbeitung liegt ein weiteres Hauptaugenmerk auf der Prozessüberwachung und Prozesskontrolle. Um in diesen Bereichen eine umfassende Kontrolle und Übersicht zu erhalten, werden die Synthesen zum Teil in einem Prozessautomaten durchgeführt. Dieser ermöglicht dank zuverlässiger Temperatursteuerung/-überwachung und in Kombination mit weiterer Analytik, wie z.B. einem FTIR (Fourier-Transformation-Infrarotspektrometer) und FBRM (Focused-Beam-Reflectance-Measurement) eine umfassende Syntheseüberwachung und Kontrolle. Abb. 4.47 zeigt den Verlauf einer Synthese von $D_{Et}BI$. Dabei sind sowohl die Temperatur des Reaktors als auch die Peakflächen der Edukte und Produkte der Synthese dargestellt. Die dargestellten Peakflächen entstammen dabei der parallel zur Synthese durchgeführten FTIR-Messung. Zur besseren Verfolgung der Reaktion erfolgte die Zugabe der Edukte versetzt und ist an den sprunghaften Zunahmen der Kurven bzw. den Temperatureinbrüchen zu sehen. Nach Zugabe aller Edukte kann die Synthese stattfinden. Dabei fällt vor allem der einander entgegengesetzte Verlauf des Benzimidazols und $D_{Et}BI$ auf. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die beim Benzimidazol betrachtete sekundäre N-H Bindung durch eine tertiäre C-N Bindung ersetzt wird. Es ist jedoch darauf hinzuweisen, dass in dem vorliegenden Fall der Alkylierung von Benzimidazol durch Ethyliodid die beteiligten Stoffe nur eine geringe Absorption im untersuchten Wellenzahlbereich aufweisen.

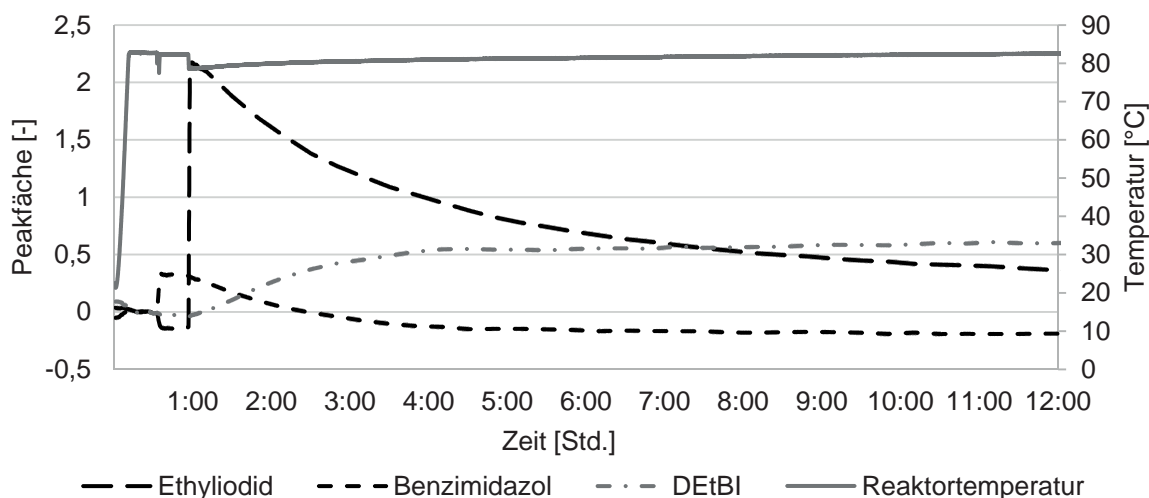


Abb. 4.47: Syntheseverlauf der Alkylierung von 1H-Benzimidazol

Dieser ist durch das verwendete FTIR auf einen Bereich von 650 bis 1800 nm^{-1} limitiert. Als Resultat sind im vorliegenden Fall lediglich qualitative Messungen durchführbar, da ein quantitativer Ansatz durch teils starke Messschwankungen eine zu hohe Streuung zur Folge hat.

Weiteres Vorgehen und Ziele

Mit Abschluss der Optimierung der am ICTV etablierten Syntheseprozesse der M-NHC gilt es, diese in einen skalierbaren kontinuierlichen Prozess umzusetzen. Da es sich bei den betrachteten Synthesen jedoch weitgehend um partikuläre Mehrphasensysteme handelt, scheint ein Zusammenspiel aus semi-batch- und kontinuierlichen Verfahren am vielversprechendsten. Die gesammelte Erfahrung und Erkenntnisse im Bereich der pharmazeutisch chemischen Synthese und Aufarbeitung dienen weiterhin dazu, zukünftig thematisch vergleichbare Prozesse und Synthesen sowohl schnell zu etablieren als auch zu optimieren.

Dieses Projekt wird im Rahmen des Niedersächsischen Promotionsprogrammes "Processing of poorly soluble drugs at small scale" teilweise aus Mitteln des Niedersächsischen Ministeriums für Wissenschaft und Kultur (MWK), dem Georg-Christoph-Lichtenberg-Stipendium des Landes Niedersachsen sowie weiteren externen Partnern gefördert.

4.4.4 Synthese und Aufreinigung pharmazeutischer Wirkstoffe am Beispiel TBID (SynFoBiA)

(Dipl.-Ing. Marius Meise)

Die Entwicklung und Herstellung pharmazeutischer Wirkstoffe, sog. API Active Pharmaceutical Ingredients, erfordert die interdisziplinäre Zusammenarbeit unterschiedlicher Forschungsbereiche mit im Workflow definierten komplementären Zielen. Wirkstoffe, initiale Syntheseroute(n) und Aufreinigungsstrategie werden dabei zunächst im Labormaßstab zumeist von pharmazeutischen Forschungsgruppen entwickelt, um Kleinstmengen für erste Zellstudien und andere Bewertungsexperimente zu erzeugen. Erweist sich ein Wirkstoff als geeignet, müssen für die weitere Entwicklung schnell größere Mengen mit gleichen Qualitätsstandards zur Verfügung stehen. Die nötige Übertragung der Laborverfahrensweise auf einen größeren Maßstab ist dann Aufgabe und Herausforderung für Chemie- sowie Verfahrensingenieure. Zur Etablierung einer solchen Maßstabsübertragung sind umfassende Untersuchungen und die anschließende Bewertung sämtlicher Grundoperationen aus der Laborverfahrensweise erforderlich. Aus diesen Untersuchungen lassen sich dann geeignete Verfahrenskonzepte entwickeln.

In diesem Forschungsprojekt wurde der Prozess zur Herstellung des Wirkstoffes 4,5,6,7-Tetrabromo-2-(1*H*-imidazole-2-yl)isoindolin-1,3-dion (TBID), einem Proteinkinaseinhibitor aus der Krebsforschung, charakterisiert und kritische Prozessgrößen identifiziert, die in folgenden Arbeiten eine Maßstabsübertragung ermöglichen sollen. Hierzu wurden Grundoperationen wie Synthese, Filtration, Kristallisation, Trocknung und Destillation im Labormaßstab untersucht und bzgl. Zielgrößen wie Reinheit des Wirkstoffes oder Ausbeute bewertet.

Chemische Synthese des Wirkstoffes TBID

Die Synthese von TBID wurde von einer pharmazeutischen Forschungsgruppe am Institut für Medizinische und Pharmazeutische Chemie (IMPC) der TU Braunschweig entwickelt⁵. Abb. 4.48 zeigt das Reaktionsschema in dem aus den Edukten (1) Tetrabromphthalsäureanhydrid (TBPA) und (2) 2-Aminoimidazol (2-AI) in Essigsäure (3) der API 4,5,6,7-Tetrabromo-2-(1*H*-imidazole-2-yl)isoindolin-1,3-dion (TBID) und (4) Wasser entstehen.

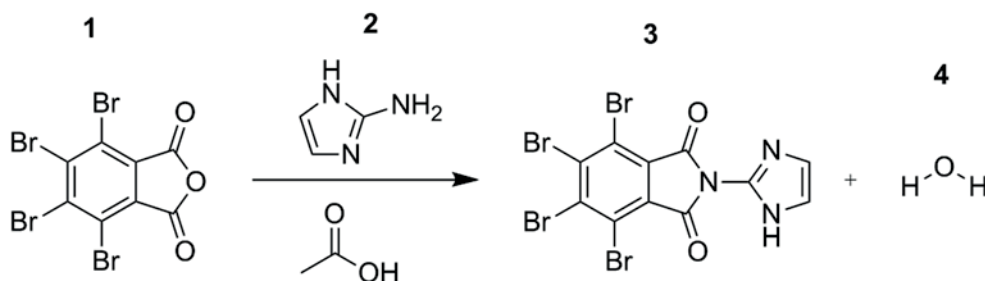


Abb. 4.48: Reaktionsgleichung der Synthese von TBID

⁵ R. Determann, Proteinkinase-Inhibitoren mit neuartiger chemischer Grundstruktur, Dissertation, TU Braunschweig, 2012

Der erste Schritt des Verfahrens ist dabei die Freisetzung von 2-AI aus seiner Form als Sulfatsalz. Diese Umwandlung wurde nach Literatur mithilfe der Base 1,8-Diazabicyclo[5.4.0]undec-7-en durchgeführt. Im Laufe des Projektes wurde dieser Stoff substituiert und durch eine alternative Freisetzungsreaktion ersetzt, welche den Syntheseprozess sicherer und besser kontrollierbar macht. Mithilfe einer DoE-Studie (Design of Experiments) konnten dann optimale Prozessbedingungen für diese Synthesemethode identifiziert werden, welche hohe Umsätze von bis zu 99 % ermöglichen.

Herstellungsverfahren des Wirkstoffes TBID (Synthese und Aufreinigung)

Abb. 4.49 zeigt das Fließbild der Synthese und Aufreinigung von TBID. Die Ursprungsversion dieses Verfahrens wurde von Wölfel⁶ abgeleitet. Zur genauen Charakterisierung des Verfahrens wurden umfassende Untersuchungen zur Löslichkeit der Reaktanden, zur Reaktionskinetik sowie Prozessbilanz (Massen- und Komponenten) durchgeführt. Die Ergebnisse erlaubten die Identifikation kritischer Prozessgrößen, welche anschließend die optimierte Einstellung der Parameter ermöglichen. Dabei wurde z. B. die ursprüngliche Kühlungs- auf eine Verdrängungskristallisation umgestellt. Das so angepasste Verfahren liefert nun eine deutlich höhere Ausbeute (60 % im Vergleich zu 22 %) und eine Reinheit des Wirkstoffes > 99,6 % sowie eine verbesserte Prozesskontrolle zur Einstellung definierter Partikelgrößen des API.

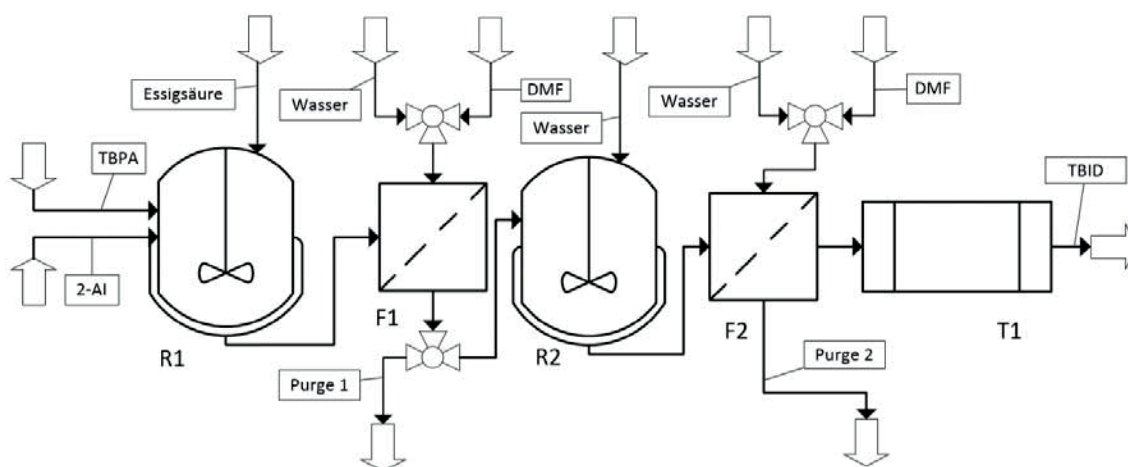


Abb. 4.49 Fließbild von Reaktion und Aufreinigung von TBID (R1: 50 ml Rührkessel, F1,F2: 125 ml Filternutsche, R2: 100 ml Rührkessel, T1: Trockenschrank)

Die Synthese, Aufreinigung und Folgeexperimente zur Prozesscharakterisierung wurden in der automatischen Synthesestation EasyMax 102 (Mettler Toledo) in Reaktoren von 50 – 100 ml durchgeführt. Die Synthesestation bietet dabei eine präzise programmierbare Temperaturführung, die Möglichkeit der exakten Dosierung sowie die Implementierung von Online-Analytik. Löslichkeitsuntersuchungen sowie

⁶ Wölfel S., et al., 4,5,6,7-Tetrachloro-2-(1H-imidazol-2-yl)isoindolin-1,3-dion. Molbank 2012 4, S. M785

Kristallisationsexperimente wurden mithilfe einer FBRM-Sonde (Focused Beam Reflectance Measurement) Particle Track G400 (Mettler Toledo) durchgeführt, welche Veränderungen der Partikelgröße, und –anzahl in Echtzeit verfolgt. Analysen zur Identität, Reinheit und Kristallmorphologie wurden mittels HPLC, C/H-NMR sowie CHNS und Digitalmikroskopie durchgeführt.

Teile dieses Projektes wurden aus Mitteln des „Niedersächsischen Vorab“ der Volkswagen Stiftung finanziell gefördert.

4.4.5 Extraktion pharmazeutischer Wirkstoffe aus Pflanzen und Wurzeln (SynFoBiA)

(Dipl.-Ing. Paul Haas)

Das Verbundprojekt „Neuartige Synthese- und Formulierungsverfahren für schwerlösliche Arzneistoffe und empfindliche Biopharmazeutika“, kurz SynFoBiA, ist ein interdisziplinäres Forschungsprojekt im Rahmen des Zentrums für Pharmaverfahrenstechnik (PVZ). An diesem Verbundprojekt sind neben der TU Braunschweig die Leibniz Universität Hannover und die Technische Universität Clausthal beteiligt. Im Rahmen der Teilprojekte wird u.a. die Herstellung von Biopharmazeutika in *Bacillus megaterium*, die kontinuierliche Produktion und das Scale-Up von synthetischen pharmazeutischen Wirkstoffen (siehe Kap. 4.4.4) sowie die Formulierung schwerlöslicher Wirkstoffe bearbeitet.

Die Extraktion pharmazeutischer Wirkstoffe wird am Beispiel von Hyperforin aus Wurzelkulturen von *Hypericum perforatum* L. (Johanniskraut) untersucht. Die Extrakte aus Johanniskrautpflanzen werden schon über 2000 Jahren zur Behandlung von Hauterkrankungen und psychischen Erkrankungen eingesetzt. Der wesentliche Wirkstoff der Pflanze ist Hyperforin und wurde am Institut für Pharmazeutische Biologie (IPB) der TU Braunschweig erstmals in einer Wurzelkultur nachgewiesen. Bisher wurde Hyperforin in Wildpflanzen nur in den oberirdischen Teilen der Pflanze nachgewiesen. Die Kulturen wurden durch die Zugabe von Hormonen angeregt und nicht gentechnisch beeinflusst. In neueren Veröffentlichungen wurde die Wirkung von Hyperforin in der Behandlung von Alzheimer und Neurodermitis nachgewiesen. Die Strukturformel für Hyperforin ist in Abb. 4.50 dargestellt. Der Wirkstoff ist jedoch unter Umgebungsbedingungen nicht stabil. Er wird durch Lichteinwirkung, bei Kontakt mit Sauerstoff oder Wasser und in bestimmten Lösungsmitteln zersetzt. Die Lagerung von reinem Hyperforin erfolgt in Methanol bei -20 °C. Der Wirkstoff kann zwar synthetisch hergestellt werden, dies ist jedoch äußerst komplex und stellt im Moment keine Alternative zur biotechnologischen Gewinnung.

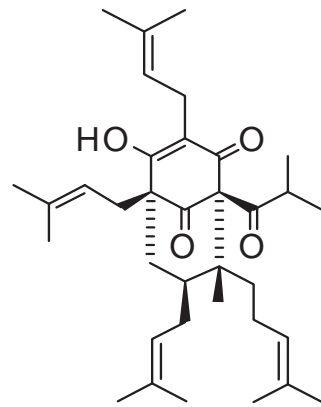


Abb. 4.50:
Strukturformel von Hyperforin

Die Untersuchungen umfassen die Kultivierung und Extraktion sowie das Downstream-Processing. Für die bisherigen Versuche wurden die Wurzelkulturen in Schüttelkolben am IPB kultiviert, gewaschen, um die Rückstände des Mediums zu entfernen, und anschließend gefriergetrocknet. Eine Wurzelkultur aus einer 100 mL Kultivierung wog nach der Gefrierdrying 1 g. Der Wurzelballen war etwa handflächengroß und ist in Abb. 4.51 dargestellt.



Abb. 4.51:
Gefriergetrocknete Wurzelkultur

Am ICTV wurden die Wurzelkulturen in einem Mörser manuell zerkleinert. Hierfür wurde Stickstoff zugegeben, um das Material zu verspröden, die Temperatur weiter zu verringern und die Inertisierung mit Stickstoff zu sichern. Das Pulver wurde zur Extraktion überführt. Hier wurden

Versuche in 2,5 mL Probengefäßen, die in einem Rotationsmischer bewegt wurden, und später in Bechergläsern durchgeführt. Im Becherglas wurde über einen Doppelmantel, der mit Eis gefüllt wurde, gekühlt. Beide Apparate sind in Abb. 4.52 dargestellt. Die Proben wurden für die Analyse gefiltert und das Lösungsmittel wurde in den meisten Fällen für die HPLC-Untersuchungen verdampft. Die Verdampfung des Lösungsmittels erfolgte zu Beginn bei kleinen Extraktmengen über das Strippen mit Stickstoff. Für größere Extraktmengen wurde ein Rotationsverdampfer genutzt. Bei diesem wurde das Wasserbad mit Eis abgekühlt und der Absolutdruck bis auf 14 mbar abgesenkt. Die Hyperforinmenge und die Reinheit der Extrakte wurden durch HPLC-Analysen am IPB bestimmt.



Abb. 4.52: Extraktionslaborgeräte; links Rotationsmischer mit 2,5 mL Versuchsgefäßen, rechts Becherglas mit Eismantel

Die Untersuchungen umfassten die Optimierung der Kultivierungsdauer zur Steigerung der verfügbaren Hyperforinmenge, ein Lösungsmittel-Screening, Untersuchungen verschiedener Extraktionsparameter, Stabilitätsuntersuchungen in dem Extraktionsmittel sowie mit alternativen Lösungsmitteln nach der Verdampfung. Das Lösungsmittel-Screening wurde auf Basis von bekannten Lösungsmitteln aus der Literatur und einer Auswahl von weiteren erfolgversprechenden Lösungsmitteln geplant. Die wesentlichen Parameter waren hierbei die Hyperforinmenge im Extrakt und der Anteil an weiteren Stoffen im Extrakt. Die Stabilität wurde in Versuchen durch die Zugabe von Zusätzen wie Ascorbinsäure und weiteren Zusätzen aus der Literatur für die Stabilisierung von Hyperforin bei verschiedenen Lagerungsbedingungen getestet. Nach einer Kultivierung am Institut für Naturstofftechnik der TU Dresden wurde ein Extraktionsversuch im 0,5 L Rührkessel-Extraktor durchgeführt. Die Stabilität von Hyperforin wurde in einem Versuch durch die Kristallisation mit Dicyclohexylamin verbessert. Dieses Verfahren ist aus der Anwendung für Hyperforin aus Wildpflanzen bekannt. Hierdurch konnte die Reinheit des Extraktes erhöht werden. Die Verbesserung der Prozessführung zur Verringerung von Produktverlusten sowie die Übertragung der Versuche in einen technisch skalierbaren Maßstab sind Gegenstand aktueller Forschungsarbeiten.

Dieses Projekt wird über VW-Vorab-Mittel vom Niedersächsischen Ministerium für Wissenschaft und Kultur (MWK) finanziell gefördert.

4.4.6 ElektroBak – Innovative Materialien und Konzepte für mikrobielle elektrochemische Systeme

(Janina Grimm, M. Sc., Dave Hartig, M. Sc., Lukas Schnöing, M. Sc.)

Bioelektrische Systeme, wie mikrobielle Brennstoffzellen, stellen eine neue, hoch innovative und vielversprechende Technologie dar. Diese ermöglicht zum Beispiel die energetische Erschließung der bislang technisch nicht direkt nutzbaren, gelösten organischen Inhaltsstoffe im Abwasser. Durch den Einsatz elektrochemisch aktiver Biofilme wird so das Verfahren der Abwasserreinigung von einem energieverbrauchenden in einen energieerzeugenden Prozess umgewandelt wird.

Das von der NTH-Forschergruppe bearbeitete Projekt „ElektroBak“ verfolgt einen interdisziplinären Ansatz der Elektroden-, Reaktor- und Prozessentwicklung zur Demonstration mikrobieller Elektrosysteme wie Brennstoff- und Elektrolysezellen. Zusammen entwickeln drei Arbeitsgruppen der Leibniz-Universität Hannover, zwei Arbeitsgruppen der TU Clausthal und fünf Projektgruppen der TU Braunschweig neuartige Elektroden- und Reaktorkonzepte, neue bioelektrochemische Prozesse und bioanalytische Methoden. Thematischer Schwerpunkt des ICTV ist die Analyse des Haftverhaltens von Biofilmen auf verschiedenen, modifizierten Oberflächen und die Entwicklung bioelektrischer Reaktoren. Im Hinblick auf die Anwendung zur Abwasserbehandlung und der mikrobiellen Elektrosynthese sollen prinzipielle Reaktordesigns entworfen und untersucht sowie Beispielprozesse optimal ausgelegt und geführt werden.

Ad- und Kohäsionseigenschaften von Biofilmen

Die zentrale Voraussetzung für das Design von Biofilmreaktoren ist die gezielte Beförderung oder Vermeidung der Ausbildung stabiler Biofilme auf Oberflächen. Mit Hilfe des Fluid Dynamic Gauging (FDG) ist das Ad- und Kohäsionsverhalten von Biofilmen auf unterschiedlich modifizierten Oberflächen quantifizierbar. Diese Messmethode ermöglicht weiterhin Untersuchungen zur Schichtdicke und zum Quellverhalten. Aufbauend auf diesen Grundlagen soll die Entwicklung und Optimierung maßgeschneiderter Elektrodengeometrien und Oberflächenmodifikationen unterstützt werden. Zur Herstellung von Biofilmen unter kontrollierten und reproduzierbaren Bedingungen wird am ICTV eine kontinuierliche Biofoulinganlage betrieben. Dabei handelt es sich um einen rechteckigen Strömungskanal, in den eine Platte eingelassen wird. Auf dieser Platte wächst der Biofilm auf. Zur Bildung eines Biofilms wird der Strömungskanal bei einer Temperatur von 20 °C und einer Strömungsgeschwindigkeit von 0,075 m/s mit Medium durchströmt. Daraus resultiert eine anfängliche Reynoldszahl von etwa 750. Die den Biofilm bildenden Organismen stammten zunächst aus planktonischen Zellen im Trinkwasser. Nach der Kultivierung wird die mit dem Biofilm bewachsene Platte entnommen und mittels FDG untersucht (vgl. Abb. 4.53).

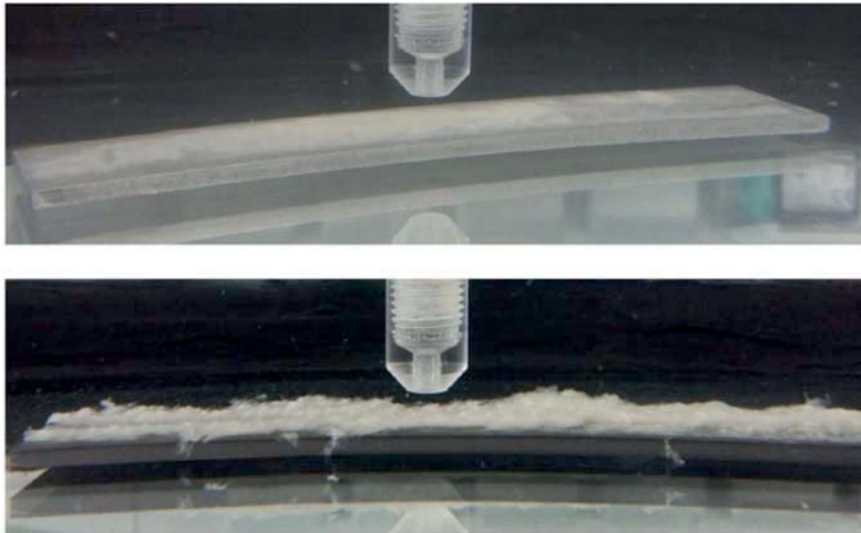


Abb. 4.53: Biofilm unter dem FDG-Messsystem auf einer Edelstahloberfläche (oben) und einer Graphitoberfläche (unten)

Die Abbildung zeigt einen Vergleich zwischen den gewachsenen Biofilmen auf einer Edelstahl- und einer Graphitoberfläche. Deutlich wird die unterschiedliche Morphologie, die möglicherweise auf die Art des Untergrunds zurückzuführen ist. Während der Biofilm auf der Edelstahlplatte dünn und kompakt erscheint, weist dieser auf einer Graphitoberfläche eine dickere Schicht mit einer weichen Struktur auf. Weiterhin deuten Messungen zum Haftverhalten von Biofilmen auf ein kohäsives Lösen mit einer maximalen Haftkraft von 1 Pa hin.

Aufgrund einer begrenzten Reproduzierbarkeit bei der Kultivierung eines elektrochemisch aktiven Organismus und einer relativ langen Versuchsdauer von bis zu 18 Tagen erscheint die Entwicklung eines Biofilm-Modellsystems sinnvoll. In diesem Zusammenhang bieten sich Gellan-basierte Hydrogele an, mit denen sich langsam wachsende Biofilme imitieren lassen. Die mechanischen Eigenschaften der Hydrogele sind dabei über die Ionenkonzentration von Magnesium und Natrium individuell einstellbar. Erste Untersuchungen zeigten, dass auf diese Weise grundsätzlich eine Haftkraft von 0 Pa bis 11,6 Pa darstellbar ist.

Modulare Reaktorplattform

Zur Bereitstellung einer optimalen Produktionsumgebung für ein mikrobielles elektrochemisches System wird die Entwicklung und Charakterisierung eines modular aufgebauten Reaktorkonzepts angestrebt. Dieses integriert maximale Zugänglichkeit des biologischen Produktionssystems für Nährstoffe und Signalinformationen, gewährleistet eine verlustarme Abführung der erzeugten elektrischen Energie und sorgt für eine angepasste Oberflächengestaltung zur gezielten Beförderung oder Vermeidung von Biofilmanhaftung. Weiterhin wird eine umfangreiche Sensorik zur Identifikation des Prozess- und Systemzustands in das Reaktionssystem eingebracht. In der ersten Phase der Entwicklung eines Reaktorsystems wurde eine kompakte prototypische Fließzelle konzipiert, wie sie in Abb. 4.54 dargestellt ist. Diese

Fließzelle besteht aus zwei Hälften, dem Anoden- und dem Kathodenraum, die mit einer chemisch stabilisierten Membran voneinander getrennt sind. Dabei besitzen die Reaktionskammern unterschiedliche Geometrien, in denen die diversen Elektroden eingesetzt werden. Auf diese Weise können verschiedene Strömungsbedingungen und Elektrodenmaterialien untersucht werden.

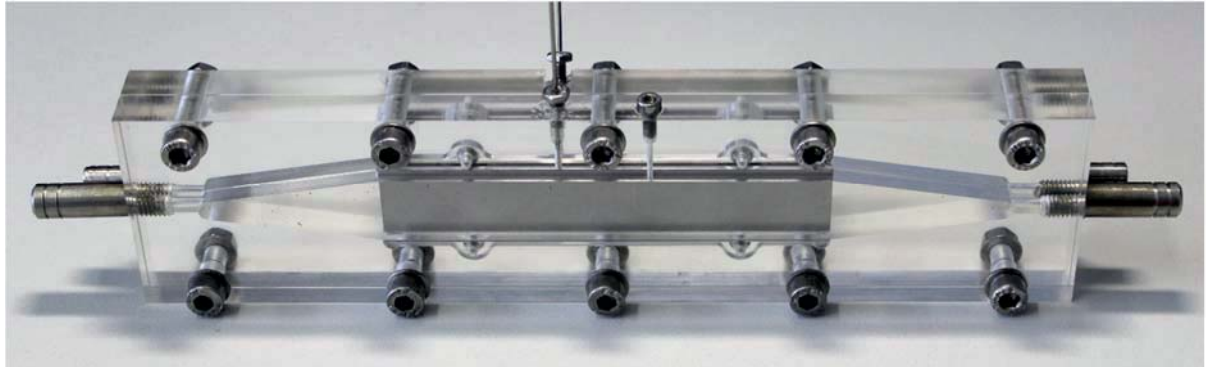


Abb. 4.54: Prototyp einer kompakten Fließzelle mit modularem Aufbau

Für die weiteren Untersuchungen soll zunächst die oben gezeigte Fließzelle in einen kontinuierlichen Prozess integriert und hinsichtlich der Prozessparameter charakterisiert werden. Anhand vergleichender Untersuchungen mit einer batchweise betriebenen mikrobiellen Brennstoffzelle sollen auch optimale Betriebsparameter abgeschätzt und unterschiedliche Elektroden und Biofilme getestet werden.

Dieses Projekt wird aus Mitteln der Niedersächsischen Technischen Hochschule (NTH) finanziell gefördert.

4.4.7 Dynamische Methoden zur schnellen Bestimmung von Adsorptionsgleichgewichten

(Dave Hartig, M.Sc.)

Bei der Bestimmung von Adsorptionsisothermen wird prinzipiell zwischen statischen Methoden, bei denen nur eine integrale Massenbilanz, und dynamischen Methoden, bei denen darüber hinaus auch die differentielle Massenbilanz betrachtet wird, unterschieden. Damit benötigen statische Methoden prinzipiell nur eine Möglichkeit, Konzentrationen messen zu können, während für dynamische Methoden eine chromatographische Anlage benötigt wird. Allerdings sind statische Methoden durch die Bestimmung von Konzentrationsdifferenzen auch sehr empfindlich gegenüber Messfehlern in der Konzentrationsbestimmung. Das äußert sich durch relativ große Streuung und Fehlerbereiche der bestimmten Isothermendaten (siehe Abb. 4.55).

Dieses Problem kann mit dynamischen Methoden umgangen werden, da hier nicht mit einer Konzentrationsdifferenz gerechnet wird. Darüber hinaus ist es z.B. mittels der *Elution by Characteristic Point* Methode möglich, vollständige Isothermendaten

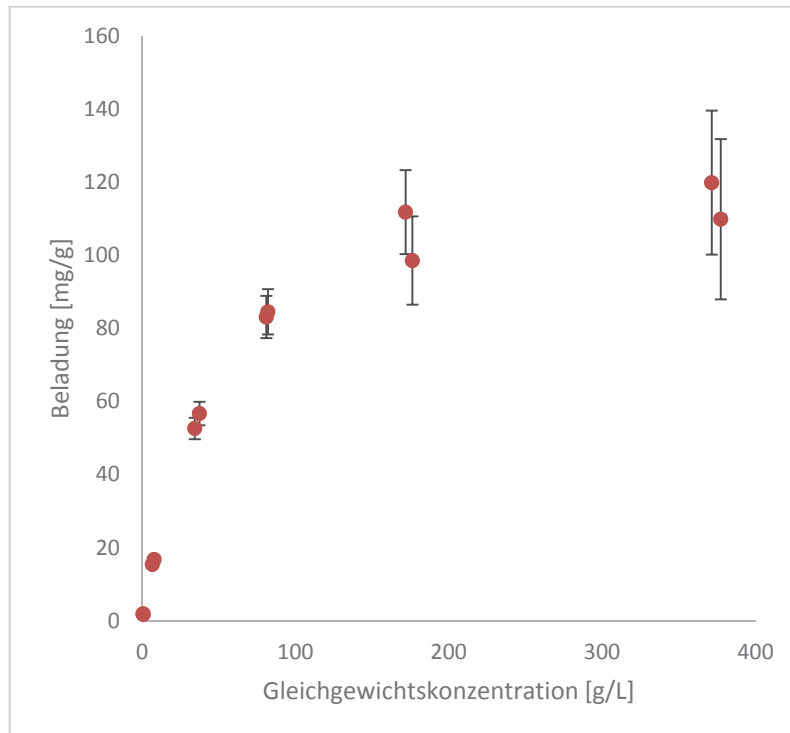


Abb. 4.55: Mittels statischer Batch-Methode bestimmte Beladungen von Sorbitol an Zeolith-Extrudaten des Typs BEA 150.

mit nur einem Experiment zu gewinnen (Abb. 4.56). Dies sorgt neben erheblichen Einsparungen an Material auch zu deutlichen Zeitersparnissen. Zudem ist es möglich, mehrere Experimente an derselben Packung durchzuführen, sodass z.B. der Einfluss der Temperatur auf die Isothermenform ohne Streuung der Messergebnisse aufgrund verschiedener inhomogener Packungen sehr sensitiv bestimmt werden kann.

Im Rahmen laufender Forschungsarbeiten wird dabei das System Zucker/Zeolith umfassend mittels dynamischer Methoden charakterisiert. Dabei wurde unter anderem eine Erweiterung der *Elution by Characteristic Point* etabliert, die es erlaubt, eigentlich nicht für chromatographische Anwendungen optimierte Adsorbentien, wie etwa die genannten Zeolithe, zu vermessen. Damit können in Zukunft wesentlich mehr Adsorbentien von den prinzipiellen Vorteilen der dynamischen Methoden profitieren, was insbesondere in der frühen Entwicklung von biotechnologischen und pharmazeutischen Produkten und Prozessen große Relevanz verspricht.

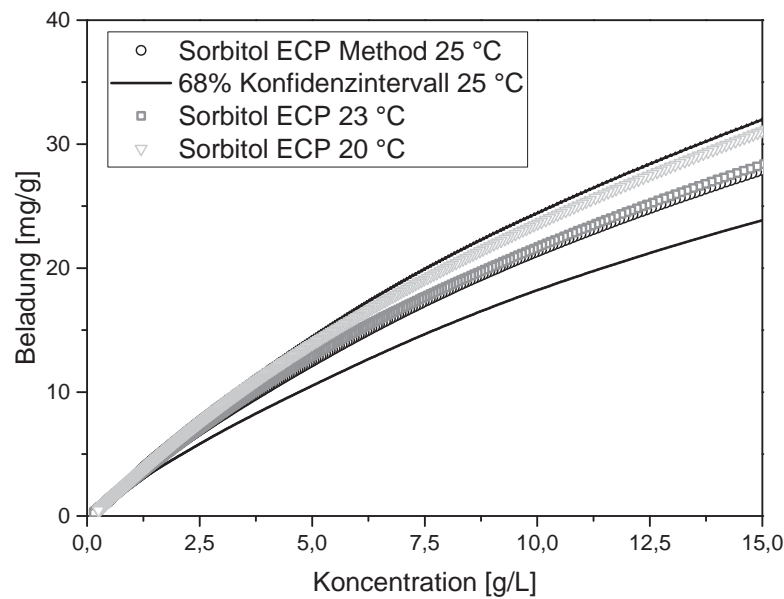


Abb. 4.56: Mittels ECP-Methode lässt sich der Einfluss der Temperatur auf die Isotherme von Sorbitol an Zeolith BEA 150 Extrudaten an einer Packung bestimmen.

Dieses Forschungsprojekt wird von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) gefördert und in Kooperation mit dem Institut für Technische Chemie, Abt. Technologie der Kohlenhydrate, der TU Braunschweig durchgeführt. Die Firma Clariant stellte Zeolithproben zur Verfügung.

4.5 Studentische Gruppen

4.5.1 Bierbrau-AG „Carl-Wilhelms-Bräu“

Die Brau-AG „Carl-Wilhelms-Bräu“ hat derzeit etwa 20 aktive Mitglieder verschiedener Studiengänge mit Interesse an Verfahrenstechnik und Bierbrauen. Im Schnitt alle sechs Wochen werden die Braugeräte aus dem alten Fotolabor des ICTV in die Halle gebracht, wo 50 Liter Bier gebraut werden. Die Sorten reichen von Klassikern wie Weizen, Helles oder Pils bis hin zu Steinbier oder Eisbock.

Innerhalb der TU Braunschweig beliefert die Brau-AG regelmäßig die ICTV-Winterspiele und das iPAT-Sommerfest mit Selbstgebrautem. Im Spätsommer findet die alljährliche Ernte des Hopfens statt, der im Erweiterungsgelände des botanischen Gartens angebaut ist.

Seit zwei Jahren ist die Brau-AG mit einem eigenen Stand auf der TU-Night vertreten. Hier wird Bier- und Studieninteressierten der Brauvorgang vom Mälzen bis zum Maischen anhand von Exponaten während eines Schaubrauens nähergebracht.

Den Abschluss der Brausaison bildet der internationale Brauwettbewerb in Hamburg, bei dem Carl-Wilhelms-Bräu in diesem Jahr mit einem im Dekoktionsverfahren gebrauten Hellen angetreten ist. Bei diesem Verfahren wird ein Teil der Maische separat aufgeköcht und anschließend wieder dem Hauptsud zugemischt. Der findige Ingenieur kann sich vorher sehr genau ausrechnen, wieviel der Flüssigkeit er aufkochen muss, um die angestrebte Rasttemperatur zu erreichen. Vor allem im Mittelalter wurde auf diese Weise gebraut, da das Verfahren prinzipiell ganz ohne Thermometer auskommt und ein teurer feuerfester Topf auch nur für die kleinere kochende Teilmaische benötigt wird. Doch auch in der Neuzeit überzeugt die Dekoktion mit einem Ergebnis, dass durch einen volleren und fruchtigeren Geschmack dem herkömmlichen Infusionsverfahren die Show stiehlt.

Im neuen Semester wird die Brau-AG wieder mit einer Station im Rahmen der Campus-Rallye die neuen Studierenden an der TU Braunschweig willkommen heißen und kann sich hoffentlich über einige Neuzugänge freuen.



Abb. 4.57: Die Brau-AG im August 2016

Dieses Projekt wird vom ICTV unterstützt und mit Studienbeitragsmitteln gefördert.

4.5.2 ChemCar-AG

(Dipl.-Ing. Nils Warmeling)

Am ICTV gibt es seit dem Sommersemester 2013 die ChemCar-AG. Im Rahmen der AG-Aktivitäten wird ein Fahrzeug, das ausschließlich mit chemisch erzeugter Energie betrieben wird, konstruiert und gebaut. Ziel ist es, sich auf dem jährlich stattfindenden ChemCar-Wettbewerb mit studentischen Teams anderer Universitäten zu messen. Organisiert wird der Wettbewerb durch die VDI-GVC und die DECHEMA. Austragungsort ist das Jahrestreffen der ProcessNet.

Die Teilnahme an den AG-Aktivitäten ist für die Studierenden auf vielfältige Weise vorteilhaft. Zum einen ermöglichen die AG-Aktivitäten die Entwicklung eines chemisch betriebenen Fahrzeugs vom Konzept bis zum fertigen Produkt im Ganzen mitzuerleben und selbst zu gestalten. Damit ergeben sich tiefe Einblicke in die Abwicklung eines Entwicklungsprojektes und die zugehörigen projektspezifischen Abläufe wie beispielsweise die Budgetverwaltung. Zudem ist die Teilnahme an einer wissenschaftlichen Konferenz des Ingenieurbereiches mit inbegriffen.

In den bisherigen Jahren konnte mehrere Teams der TU Braunschweig an dem Wettbewerb teilnehmen. Letztmalig ging das ChemCar „MFC Lion 2.0“ im Jahr 2015 an den Start. Abb. 4.58 zeigt den Aufbau des ChemCars.

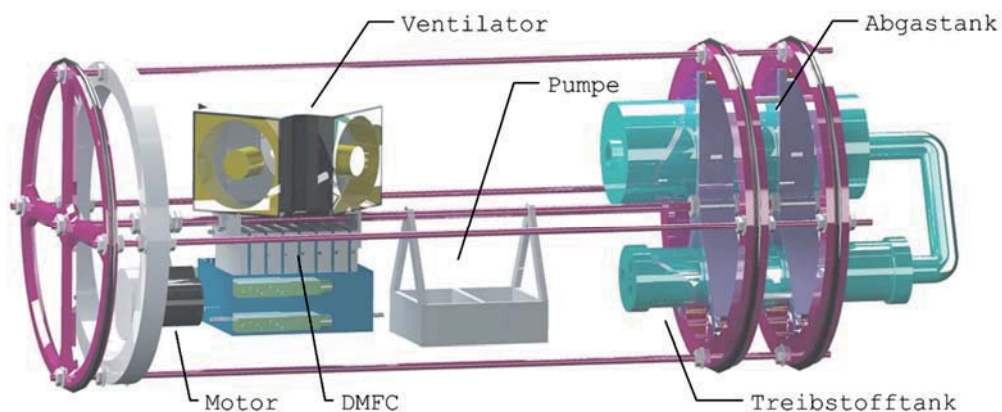
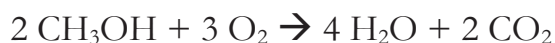


Abb. 4.58: ChemCar „MFC Lion 2.0“ im Jahr 2015

Das ChemCar besteht aus einer äußeren Radkonstruktion. Alle benötigten Komponenten befinden sich im Inneren dieser Vorrichtung und sind beweglich an der inneren Achse gelagert. Angetrieben wird das ChemCar über eine Direktmethanolbrennstoffzelle (DMFC – Direct Methanol Fuel Cell). Diese erzeugt aus Methanol elektrischen Strom, mit dessen Hilfe ein E-Motor angetrieben wird. Das Methanol wird dabei zu CO₂ und Wasser umgesetzt. Der für die Reaktion notwendige Sauerstoff wird über einen Ventilator aus der Umgebung bezogen. Die Gesamtreaktion lautet:



Der E-Motor überträgt die Energie auf das äußere Rad des ChemCars. Durch die Verlagerung des Schwerpunktes wird die Bewegung generiert (siehe Abb. 4.59). Die Fahrstrecke wird dabei über die Menge an eingefülltem Treibstoff geregelt.

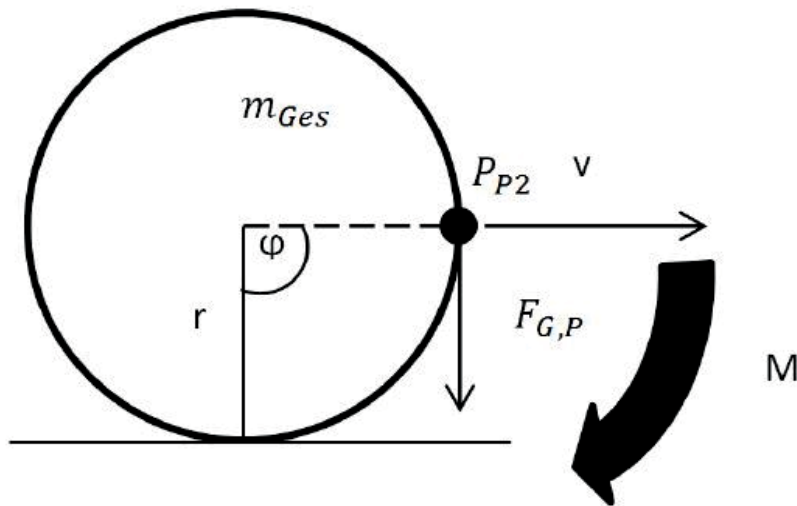


Abb. 4.59:
Antriebs- und Bewegungs-
prinzip des „MFC Lion
2.0“

Die AG wird mit Studienqualitätsmittel der TU Braunschweig unterstützt.

5 Dissertationen

5.1 Kontinuierliche Kristallisation von Lipidnanopartikeln in mikrostrukturieren Apparaten

(Dissertation von Dr.-Ing. Martin Schoenitz)

1. Bericht: Prof. Dr.-Ing. Stephan Scholl
2. Bericht: Prof. Dr. rer.nat. Heike Bunjes
3. Bericht: Prof. Dr. rer.nat. Andreas Dietzel

Problemstellung

Die Mikroverfahrenstechnik bezeichnet die Integration von miniaturisierten Apparaten mit prozessbestimmenden Abmessungen von weniger als einen Millimeter. Der Einsatz mikrostrukturierter Komponenten erweist sich dabei für viele Verfahren als vorteilhaft. In der Literatur beschriebene positive Beispiele für den Einsatz der Mikroverfahrenstechnik sind überwiegend auf Fluide ohne partikuläre Bestandteile beschränkt. Als größtes Hindernis für die breite industrielle Anwendung der Mikroverfahrenstechnik wird häufig die Anfälligkeit von mikrostrukturierten Apparaten für Fouling und Verblockungen bei dem Führen von partikelbeladenen Strömungen identifiziert.⁸ Grundlagenorientierte Untersuchungen, welche Fouling in Mikrodimensionen thematisieren, wurden nur sehr vereinzelt durchgeführt. Oft

⁸ Roberge, D.M., Gottsponer, M., Eyholzer, M., Kockmann, N.: Industrial design, scale-up, and use of microreactors, Chemistry Today 27 (2009) 4

widmen sich entsprechende Untersuchungen der Lösung eines sehr spezifischen Problems, allgemein ableitbare Aussagen sind schwierig.⁹

Die Arbeit untersuchte die Anwendbarkeit der Mikroverfahrenstechnik auch für partikelbeladene Stoffsysteme. Als Modellsystem dient die Schmelzkristallisation von Lipidnanopartikeln (LNP), welche in der pharmazeutischen Industrie als Wirkstoffträgersysteme zum Einsatz kommen. Dabei auftretende Foulingerscheinungen und Herausforderungen bezüglich der Reinigbarkeit des eingesetzten Mikrowärmeübertragers werden charakterisiert und deren Unterschiede und Gemeinsamkeiten dem Wissen aus Makrodimensionen gegenübergestellt. Ziel dabei ist das Verstehen, Beherrschen und Beseitigen von etwaigem Fouling in dem Mikrowärmeübertrager.

Experimentelle Vorgehensweise

Versuchsanlage

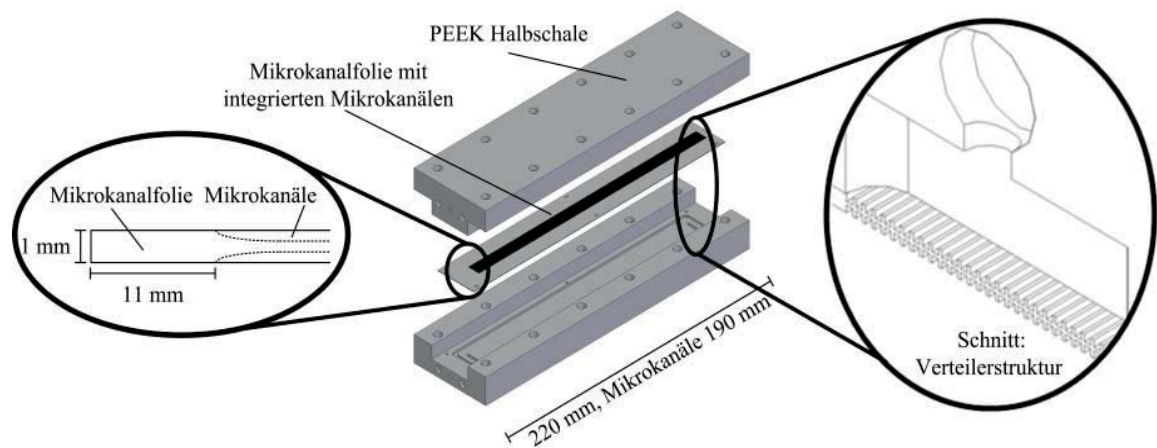


Abb. 5.1: Mikrowärmeübertrager vom KIT

Für die Untersuchungen wurde ein Mikrowärmeübertrager vom Karlsruher Institut für Technologie (KIT) genutzt, siehe Abb. 5.1. Dieser besteht aus zwei Polymerhalbschalen, zwischen welche eine Edelstahlfolie geklemmt wird. In diese wurden Mikrokanäle auf beiden Seiten integriert. Sowohl die Anzahl als auch die Dimension der parallelen Mikrokanäle variierten bei den Untersuchungen. Der Mikrokristallisor war in die in Abb. 5.1 dargestellte Gesamtanlage integriert. Diese setzte sich aus einem Produktkreislauf und einen im Gegenstrom geführten Kühlkreislauf zusammen. Bevor die kontinuierliche Kristallisation von LNP-Emulsionen gestartet werden konnte, wurde das thermische Gleichgewicht in dem Mikrowärmeübertrager hergestellt. Da die verwendeten Bestandteile der LNP-Formulierungen teilweise sehr kostspielig waren, wurde dieses mit deionisiertem Wasser simuliert. Dabei richteten sich die einzustellenden Prozessbedingungen nach der Formulierung.

⁹ Schoenitz, M., Grundemann, L., Augustin, W., Scholl, S.: Fouling in microstructured devices: a review, Chem. Comm. 51 (2015): 8213-8228.

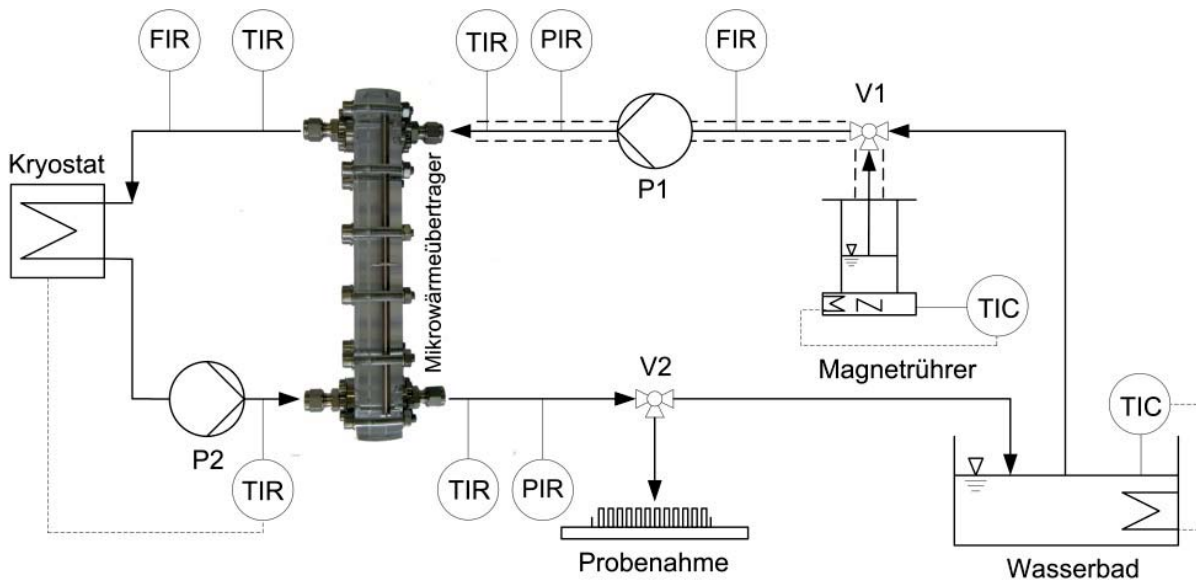


Abb. 5.2: Prinzipfließbild der Versuchsanlage

Auslegung der kontinuierlichen Kristallisation in dem Mikrowärmeübertrager

Untersuchungen bzgl. der Betriebsfenster von verschiedenen Mikrokanalfolien wurden mit drei verschiedenen Einkanalfolien (Mikrokanaldimensionen: 200 μm , 300 μm und 400 μm) und Mehrkanalfolien durchgeführt, von welchen hier exemplarisch Ergebnisse einer Mikrokanalfolie mit 32 parallelen Mikrokanälen vorgestellt werden (32 x 200 μm x 200 μm). Als Arbeitsmedium diente deionisiertes Wasser auf der Kühl- und Produktseite. Ausgewertet und in Abb. 5.3 für alle untersuchten Mikrokanalfolien dargestellt sind die produktseitig abgegebenen Wärmeströme und die resultierenden Wirkungsgrade. Auf Basis dieser Ergebnisse ließ sich ein geeignetes Versuchssetup für verschiedene Verfahrensaufgaben bzgl. der kontinuierlichen Kristallisation von Lipidnanopartikeln finden.

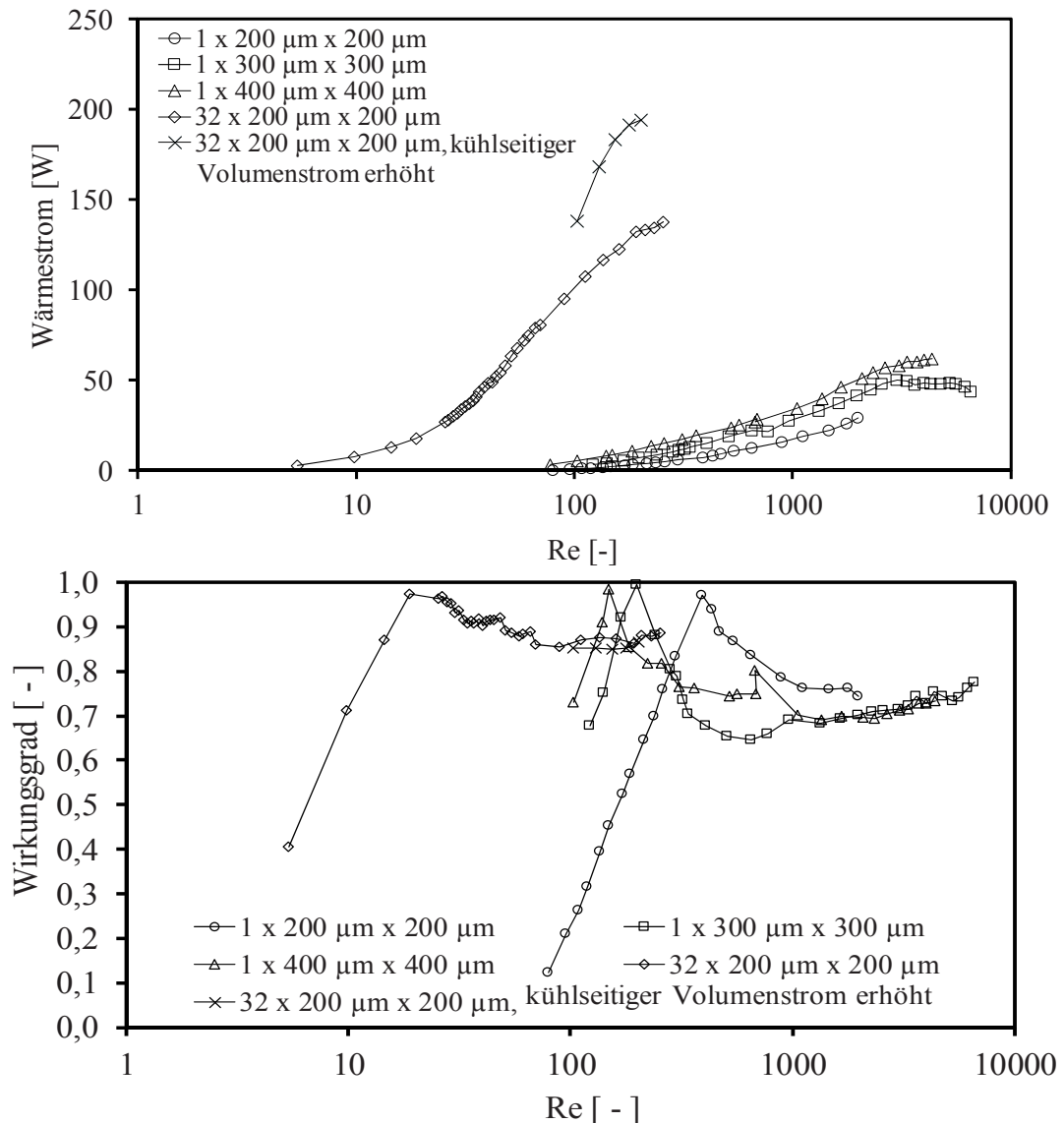


Abb. 5.3: Produktseitiger Wärmestrom und Wirkungsgrad. Die kühlseitigen Reynolds-Zahlen waren bei den Einkanalfolien im turbulenten Bereich (ca. 4000 – 6000), bei den Mehrkanalfolien bei ca. 250 und 500.

Kontinuierliche Kristallisation von Lipidnanopartikeln

Um die Prozessparameter der kontinuierlichen Kristallisation zu bestimmen, ist Kenntnis über die Schmelz- und Kristallisationspunkte der zu prozessierenden Formulierungen notwendig. Diese können mit dem Verfahren der dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) bestimmt werden. Für eine tripalmitinbasierte LNP-Formulierung sind die dazugehörige Heiz- und Kühlkurve in Abb. 5.4 dargestellt. Dabei wird der normierte Wärmestrom über der jeweiligen Temperatur dargestellt. Die untersuchte Formulierung ist beispielhaft für LNP-Systeme, deren Fettphase Polymorphie zeigt. Die Polymorphie tritt durch die Ausbildung von verschiedenen Kristallmodifikationen in Erscheinung.

In dem in Abb. 5.4 dargestellten DSC-Graphen sind endotherme Vorgänge als nach unten gerichtete Peaks, exotherme Vorgänge als nach oben gerichtete Peaks gekennzeichnet. Die Polymorphie tritt in dem DSC-Graph durch mehrere Schmelzpeaks während des Aufheizvorgangs in Erscheinung (α -Modifikation bei 46 °C und β -Modifikation bei 60,3 °C), wobei der Aufschmelzvorgang der β -Modifikation bei 68 °C abgeschlossen ist. Die Verfahrensaufgabe für die kontinuierliche Kristallisation wird aus der Kühlkurve ersichtlich: Der Kristallisationspeak erstreckt sich von 30 °C bis 6 °C, was zu einer zu erzielenden Abkühlung um 24 K führt. Um sicherzustellen, dass keine den Prozess beeinflussende Wärmeabfuhr in den Zuleitungen zwischen LNP-Vorlage und Mikrowärmeübertrager stattfindet, wurden die LNP-Emulsionen mit möglichst hoher Temperatur in den Mikrowärmeübertrager eingebracht. Dies diente auch der Unterbindung vorzeitiger Kristallisationsvorgänge. So war sichergestellt, dass die Eintrittstemperatur stets oberhalb der Schmelztemperatur der jeweiligen LNP lag.

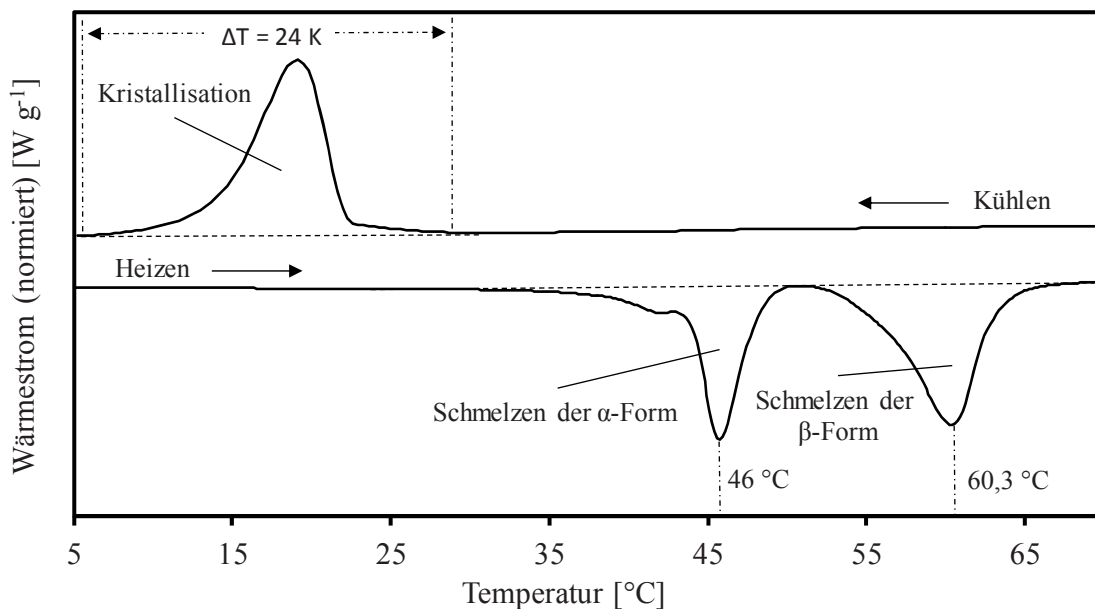


Abb. 5.4: DSC Heiz- und Kühlkurve für eine tripalmitinbasierte LNP-Formulierung.

Für die kontinuierliche Kristallisation dieser Formulierung wurde eine Mikrokanalfolie mit acht parallelen Mikrokanälen ausgewählt, welche jeweils eine Querschnittsfläche von 400 x 400 μm^2 aufwiesen. Abb. 5.5 zeigt die Entwicklung der Ein- und Ausgangstemperaturen der Dispersion bzw. des Kühlmittels in bzw. aus dem Mikrowärmeübertrager und den produktseitigen integralen Druckverlust. Dabei erstreckte sich der Produktionszeitraum, wie für Screening-Anwendungen typisch, über 10 Minuten. Der Volumenstrom betrug 10 mL min^{-1} , was einer Geschwindigkeit von 0,13 m s^{-1} und einer Reynolds-Zahl von $\text{Re} = 28$ entsprach. Die Prozessparameter konnten über den Zeitraum der kontinuierlichen Kristallisation nahezu konstant gehalten werden: Die Abkühlung wurde dabei um 55 K von ca. 60 °C auf 5 °C realisiert. Die Kühlrate betrug 40 K s^{-1} .

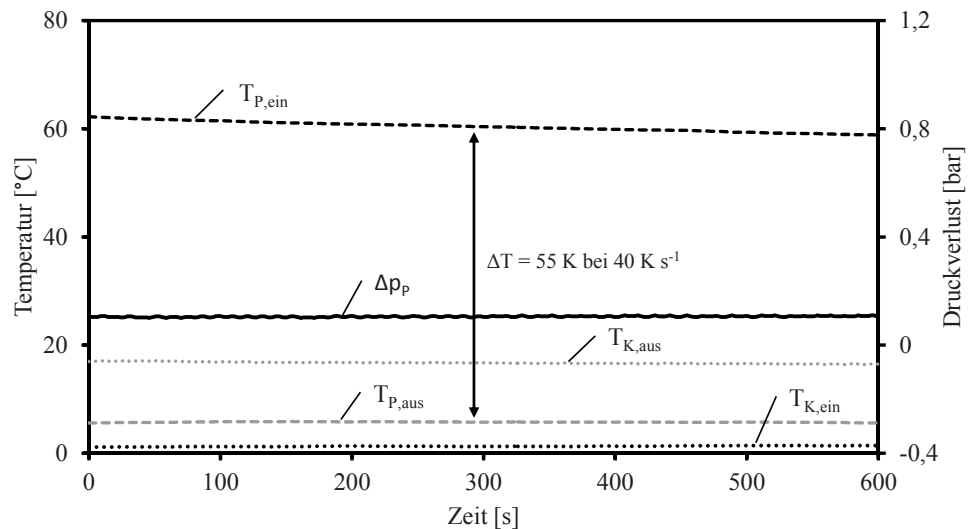


Abb. 5.5: Prozessparameter während der kontinuierlichen Kristallisation von tripalmitinbasierten LNP in einem Mikrowärmeübertrager (8 x 400 μm 400 μm).

Somit konnte gezeigt werden, dass für eine tripalmitinbasierte Formulierung der Prozessschritt der Kristallisation zu festen LNP in einem Mikrowärmeübertrager kontinuierlich realisiert werden kann. Der konstante Verlauf der Prozessparameter, welcher auf konstante Produktqualitäten schließen lässt, ließ sich für eine Reihe von triglyceridbasierte LNP-Formulierungen zeigen. Die Übertragbarkeit auf weitere Wirkstoffträgersysteme, gegeben durch eine wachsbasierte LNP-Formulierung, konnte ebenfalls gezeigt werden.

Fouling in dem Mikrowärmeübertrager

Verglichen mit dem für einige LNP-Formulierungen konstanten Verlauf des Druckverlustes während der kontinuierlichen Kristallisation (Abb. 5.5) führte das Prozessieren anderer LNP-Formulierungen zu einem drastischen Anstieg des Druckverlustes, was auf Fouling innerhalb des Mikrowärmeübertragers hinweist. In Abb. 5.6 sind Prozessparameter für die kontinuierliche Kristallisation einer wachsbasierten Formulierung mit einem Lipidanteil von 25 % dargestellt. Der drastische Anstieg des Druckverlustes ($\Delta p_{\text{max}} > 12 \text{ bar}$) weist auf eine starke Querschnittsverengung innerhalb der untersuchten Versuchsstrecke, bestehend aus Verteiler und Mikrokanälen, durch Fouling und Verblockungen hin. Die starke Fluktuation des Druckverlustes weist weiterhin daraufhin, dass einzelne Mikrokanäle oder Passagen des Mikrowärmeübertragers periodisch durch LNP zugesetzt werden, diese aber auch wieder abgetragen werden. Dies führt dazu, dass das Produkt durch sich ablösende Agglomerate verunreinigt werden kann, was zur Gefährdung der Patienten bei nachfolgender Applikation entsprechender Formulierungen als Wirkstoffträgersysteme führen kann.

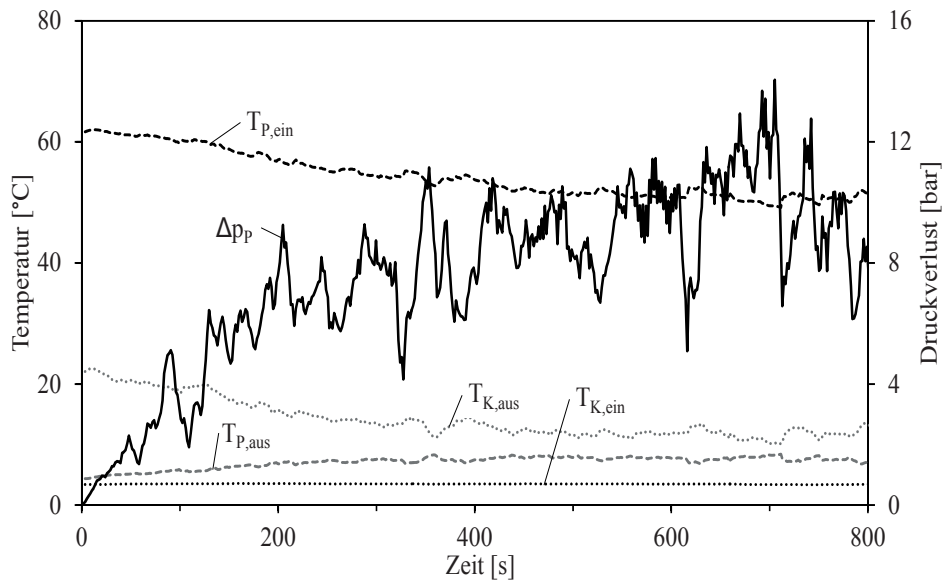


Abb. 5.6: Prozessparameter während der kontinuierlichen Kristallisation von wachsbasierten LNP (25 % Lipidanteil) in dem Mikrowärmeübertrager (32 x 200 μm x 200 μm).

Derartige Erscheinungen konnten reproduzierbar erzeugt werden, sodass Maßnahmen zur Foulingminderung- und -vermeidung untersucht wurden. Dabei führten Formulierungsanpassungen, Variationen der Prozessparameter und der zusätzliche Eintrag von Ultraschall zum Erfolg, siehe beispielhaft Abb. 5.7 für die Foulingminderung durch Ultraschallimpulse.

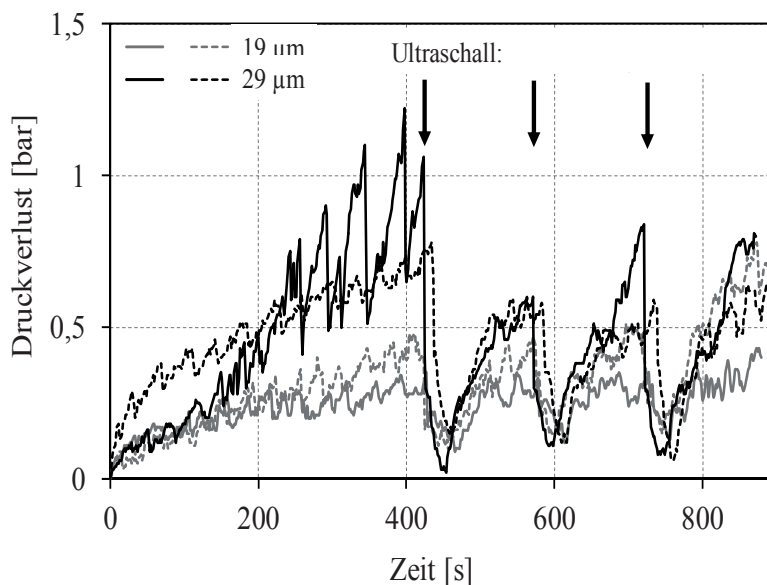


Abb. 5.7: Normierter Druckverlust als Funktion der Prozesszeit für die kontinuierliche Kristallisation von Lipidnanopartikeln in dem Mikrowärmeübertrager. Es sind Ergebnisse für vier unabhängige Experimente dargestellt, wobei jeweils drei Ultraschallimpulse mit 19 μm bzw. 29 μm in das System eingetragen wurden.

Negative Foulingwiderstände

Teilweise traten bei den Versuchen negative thermische Foulingwiderstände auf, wie diese für Makrodimensionen unter turbulenten Strömungsbedingungen beobachtet wurden.¹⁰ Dabei beruht der die Wärmeübertragung verbessernde Effekt darauf, dass die wandnahe Grenzschicht durch erste Ablagerungen aufgerissen wird, was zu einer verbesserten Fluidvermischung und somit erhöhten Wärmeübertragung in wandnahen Bereichen führt. Für Mikrodimensionen wurde der Effekt negativer R_f -Werte hier auch unter laminaren Strömungsbedingungen beobachtet, siehe Abb. 5.8. Bei Mikroapparaten hingegen wurde für diesen Effekt im Rahmen dieser Arbeit die starke Abhängigkeit der Leistungscharakteristik von den Strömungsbedingungen verantwortlich gemacht. Diese starke Abhängigkeit beruht dabei auf einer signifikanten Querschnittsverengung der Mikrokanäle auch schon bei vergleichsweise geringen Absolutwerten der Foulingindikatoren. Für die Induktionsphase, in Makrodimensionen mit geringem Fouling einhergehend, wurden bei den Untersuchungen bereits Querschnittsverengungen von über 50 % modelltechnisch nachgewiesen und auch visuell beobachtet. Diese drastische Reduzierung der wärmeübertragenden Oberfläche in dieser Phase darf für die Eliminierung der negativen Foulingwiderstände, im Gegensatz zu Makrodimensionen, im Modell nicht vernachlässigt werden.

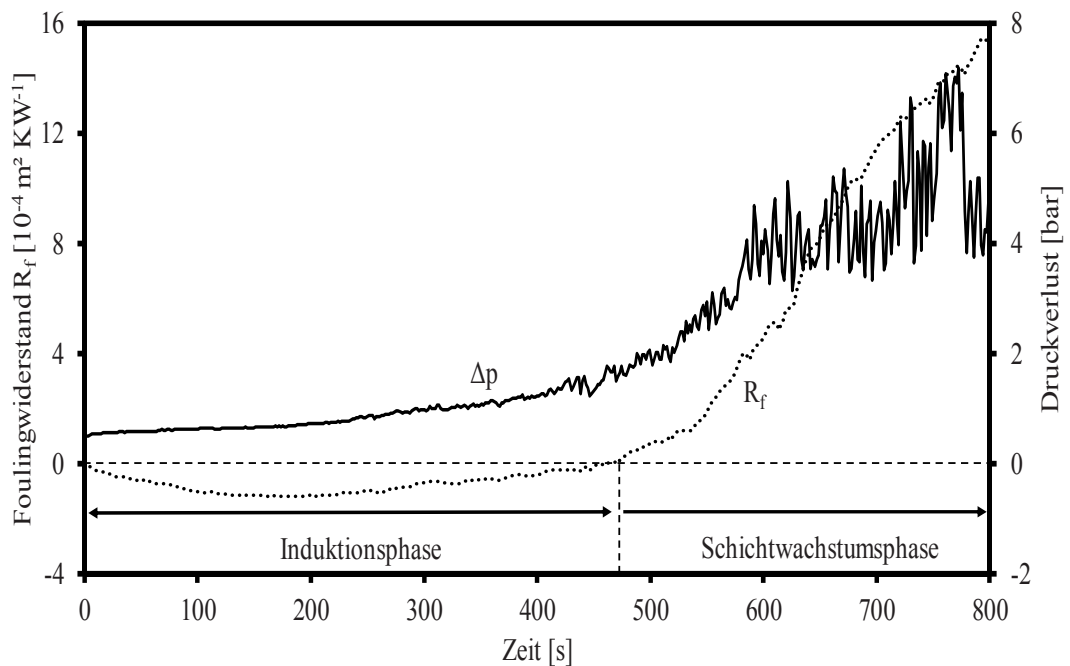


Abb. 5.8: Thermischer Foulingwiderstand und Druckverlust während der kontinuierlichen Kristallisation einer wachsbasierten LNP-Formulierung mit 15 % Lipidanteil bei $Re = 50$ und $d_h = 200 \mu\text{m}$ ($32 \times 200 \mu\text{m} \times 200 \mu\text{m}$).

¹⁰ Albert, F.: Grenzflächeneffekte bei der kristallinen Belagbildung auf wärmeübertragenden Flächen, Dissertation, Technische Universität Braunschweig, 2010.

Zusammenfassung

Fouling tritt sowohl in Makro- als auch in Mikrodimensionen auf. Detaillierte Untersuchungen der zugrunde liegenden Mechanismen haben gezeigt, dass das Verstehen, Beherrschen und Beseitigen von etwaigem Fouling mit Modellcharakter für weitere Verfahrensüberführungen in dem hier genutzten Mikrowärmeübertrager möglich ist. Fouling ist also nicht länger als grundsätzliches Hindernis zur breiten industriellen Anwendung mikroverfahrenstechnischer Komponenten zu betrachten.

Teile dieses Projektes wurden aus Mitteln der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) gefördert.

5.2 Entwässerung Ionischer Flüssigkeiten mittels Fallfilmverdampfung (Dissertation von Dr.-Ing. Niels Wellner)

1. Bericht: Prof. Dr.-Ing. Stephan Scholl
2. Bericht: Prof. Dr.-Ing. Jürgen Köhler

Problemstellung

Ionische Flüssigkeiten sind eine Stoffklasse, der auf Grund ihrer individuell einstellbaren Eigenschaften (Viskosität, Dichte, Hygroskopie, selektive Löslichkeit) in der Verfahrenstechnik als Prozessfluid ein großes Potential zugemessen wird. Als Ionische Flüssigkeiten, aus den engl. „Ionic Liquid“, abgekürzt „IL“, werden Salze bezeichnet, deren Schmelzpunkt bei Normalbedingungen unter 100 °C liegt und deren Dampfdruck vernachlässigbar klein ist ($1 \cdot 10^{-10}$ bar). Hierbei ist zu bemerken, dass damit ein Reinstoff bestehend aus Anion und Kation gemeint ist, nicht jedoch eine Lösung von Ionen in einem Lösemittel. Bei den Kationen in IL handelt es sich überwiegend um organische Moleküle, wie z.B. Imidazolium, Pyridine und Ammoniumverbindungen. Die Anionen können aus Halogeniden, wie zum Beispiel Fluor, Chlor und Brom, bis hin zu komplexeren Strukturen wie Amidinen oder Imiden sowie Triflaten und Hexafluorophosphaten bestehen. Für die Kombination der Ionen ergibt sich eine große Variationsbreite, da relativ einfach Seitenketten verändert, beispielsweise eine Methyl- durch eine Ethylgruppe ersetzt, oder funktionelle Gruppen getauscht werden können. Jede dieser Veränderungen führt zu Veränderungen der o.g. Eigenschaften, so dass sich aus den theoretisch mehr als $1 \cdot 10^{12}$ verschiedenen IL eine auf das Verfahren zugeschnittene Lösung erzeugen lässt, weshalb auch der Name „Designer Solvents“ verbreitet ist.

Allerdings ist allen IL gemein, dass sie hygroskopisch sind, also Wasser an sich binden. Dies kann im Prozess gewünscht sein (Wasserabscheidung aus anderen Fluiden) oder ein unerwünschter Nebeneffekt sein. Der Wassergehalt hat einen Einfluss auf die anderen Stoffeigenschaften, z.B. die Viskosität und die Löslichkeit anderer Stoffe. Daher ist es notwendig, den Wassergehalt einer IL auf einen gewünschten

Wert einstellen zu können, bzw. die IL im Prozessverlauf zu entwässern, um eine zyklische Verwendung zu ermöglichen.

Da bisher die Entwässerung üblicherweise im Rotationskolben durchgeführt wurde, bestand der Bedarf an einem kontinuierlichen und großtechnisch nutzbaren Verfahren. Fallfilmverdampfer werden bereits in der Lebensmittelindustrie zur Entwässerung thermisch sensibler Produkte, wie Fruchtsaft und Milch, eingesetzt und zeichnen sich durch eine geringe treibende Temperaturdifferenz aus. Dies ist auch bei IL vorteilhaft, da die Ionen zu thermischer Degradation neigen können. Hier wurde die Möglichkeit untersucht, IL mittels Fallfilmverdampfung zu entwässern und einen bestimmten Wassergehalt reproduzierbar einzustellen.

Experimentelle Vorgehensweise

Die Versuche zur vorliegenden Arbeit wurden in einem Einrohr-Metallfallfilmverdampfer durchgeführt. Ein Fließbild der Anlage ist in Abb. 5.9 dargestellt. Auf der Produktseite werden Brüden und Flüssigkeit im Gleichstrom geführt, die Anlage besitzt einen gemeinsamen Sumpf. Das Verdampferrohr V1 besteht aus Edelstahl (1.4301) und hat die Dimensionen $d_a \times s \times l = 32 \times 3 \times 2770$ mm. Die Beheizung erfolgt mit Satttdampf aus dem Dampfnetz des Instituts. Der Dampf kann mittels eines Regelventils auf definierte Drücke heruntergespannt werden, um so verschiedene Kondensationstemperaturen einstellen zu können. Der Heizdampf tritt dabei oben in den Mantelraum ein und durchströmt diesen komplett. Die Masse an Dampf stellt sich selbständig und konstant auf Grund des vorgegebenen Druckes ein. Der einzige Zufluss in den Mantelraum ist der Satttdampf, der einzige Abfluss daraus ist das Heizdampfkondensat. Der Kondensatstrom aus Heizdampf wird je nach Kondensationsort getrennt aufgefangen. Zur Bilanzierung wird lediglich der wirksame Heizdampf herangezogen. Dieser kondensiert an der Außenseite des Innenrohres und führt so Energie in Form von Kondensationswärme an das Rohr ab. Diese Energie durchtritt das Rohr mittels Wärmeleitung und erwärmt dann den innen ablaufenden Film. Der Heizdampf wird aber zusätzlich zur Vorwärmung des Umlaufstromes genutzt und ein Teil kondensiert an der Innenseite des Außenrohres und erwärmt so lediglich die Umgebung. Diese Ströme werden bilanziell nicht erfasst und verworfen. Zusätzlich zur Vorwärmung des Umlaufstromes mit Heizdampf ist eine elektrische Begleitheizung vorgesehen, mit der sich die Zulauftemperatur feiner einstellen lässt als mit Heizdampf. Zur energetischen Bilanzierung wird auf der Beheizungsseite der Massenstrom an Heizdampfkondensat sowie dessen Temperatur und die Heizdampf Temperatur und -Druck gemessen. Auf der Produktseite werden die Zulauf-, Ablauf und Brüdentemperatur sowie die Massenströme an Feed, Sumpfabzug, Umlauf und Brüdenkondensat erfasst, ebenso wie der Druck im Verdampferrohr. Zusätzlich wird die Viskosität des IL-Wasser Gemisches in Steigrohr gemessen.

Somit ist es möglich, verschiedene Wassergehalte vorzugeben und diese unter Variation von Druck und Beheizungstemperatur entweder kontinuierlich oder im Batchverfahren zu entwässern.

Vergleichend dazu wurden Versuche zur Ermittlung des Gleichgewichtswassergehaltes in einer Siedeblase durchgeführt. Auch hier wurden Druck und Temperatur analog zu den Bedingungen im Fallfilmverdampfer eingestellt.

Die Wassergehalte werden mittels Karl-Fischer-Titration bestimmt. Hierzu wird vor dem Versuch eine Probe der Ausgangslösung genommen und nach dem Versuch eine Probe aus dem Umlaufstrom und bei kontinuierlichen Versuchen aus dem Sumpfprodukt genommen. Alle Proben werden mittels Dreifachbestimmung untersucht, um den Wassergehalt zu ermitteln.

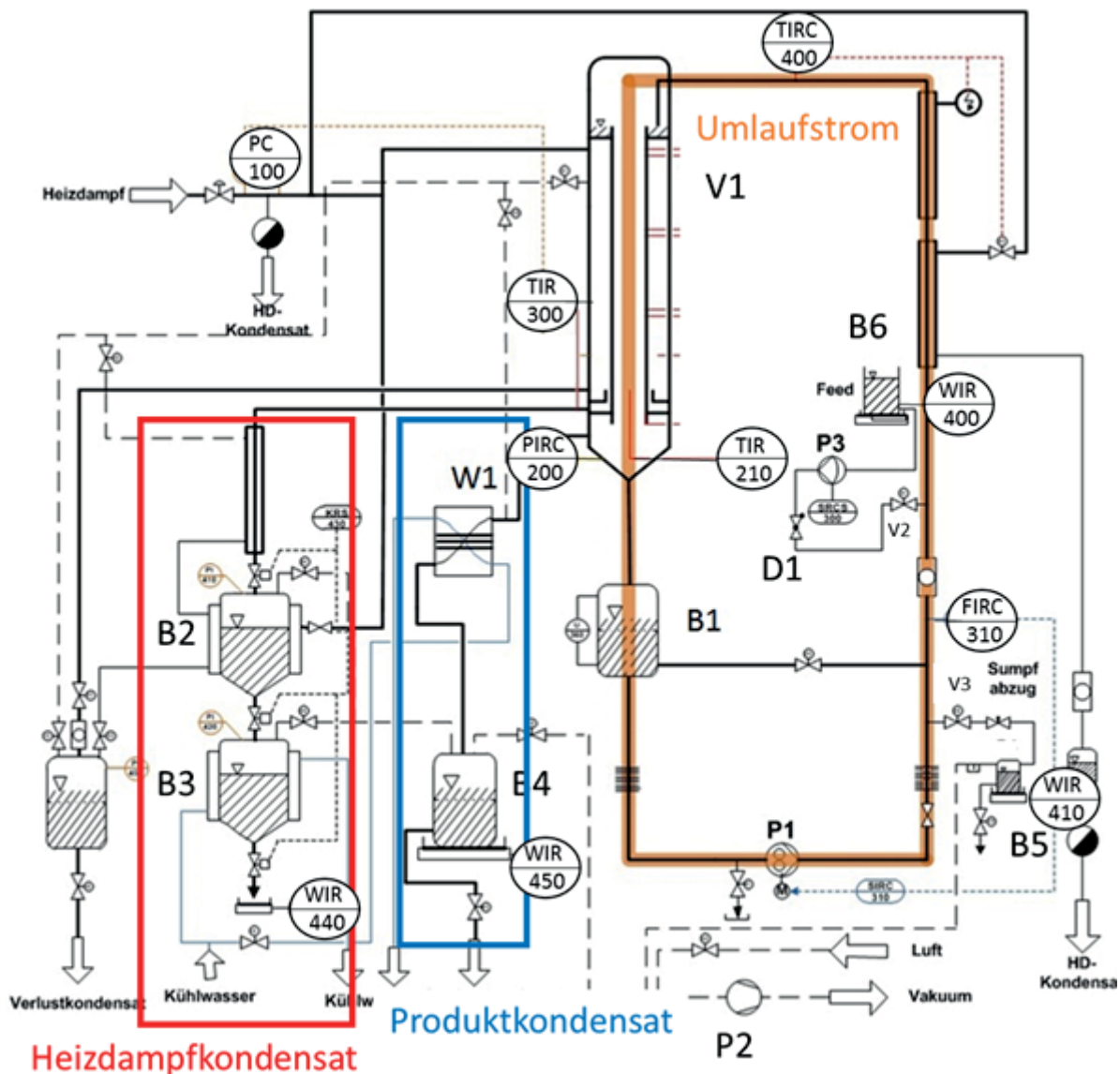


Abb. 5.9: Fließbild der Versuchsanlage

Es wurden drei verschiedene Ionische Flüssigkeiten benutzt:

- 2-Methyl-2-hydroxyethylammonium Methylsulfonat, in dieser Arbeit als IL1 bezeichnet,
- 1-Ethyl-3-methylimidazolium Ethylsulfat, als IL2 bezeichnet,
- 1-Ethyl-3-methylimidazolium Methylphosphonat, hier mit IL3 abgekürzt.

Die Strukturformeln der verwendeten IL sind in Abbildung 5.10 gegeben. Bei allen handelt es sich um kommerziell bei verschiedenen Herstellern erhältliche Produkte. Dabei wurde IL1 von Evonik Industries AG, Essen, bezogen, IL2 und IL3 stammen von Solvent Innovation. Diese Firma ist mittlerweile von Merck KG aA, Darmstadt, übernommen wurden.

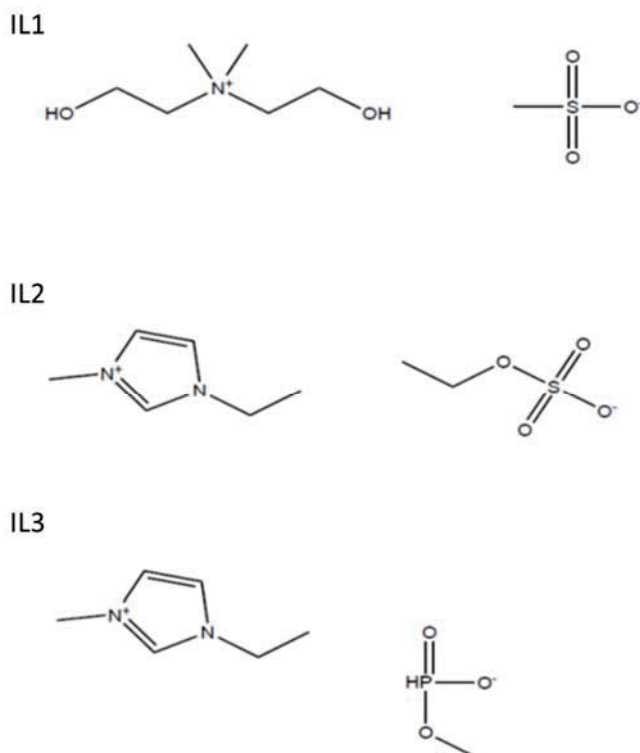


Abb. 5.10: Strukturformeln der verwendeten IL

Ergebnisse

Zuerst werden exemplarisch die Ergebnisse der Batchversuche am Beispiel der IL1 dargestellt. In Abb. 5.11 ist der Wassergehalt im stationären Zustand in Abhängigkeit von Temperatur und Druck dargestellt.

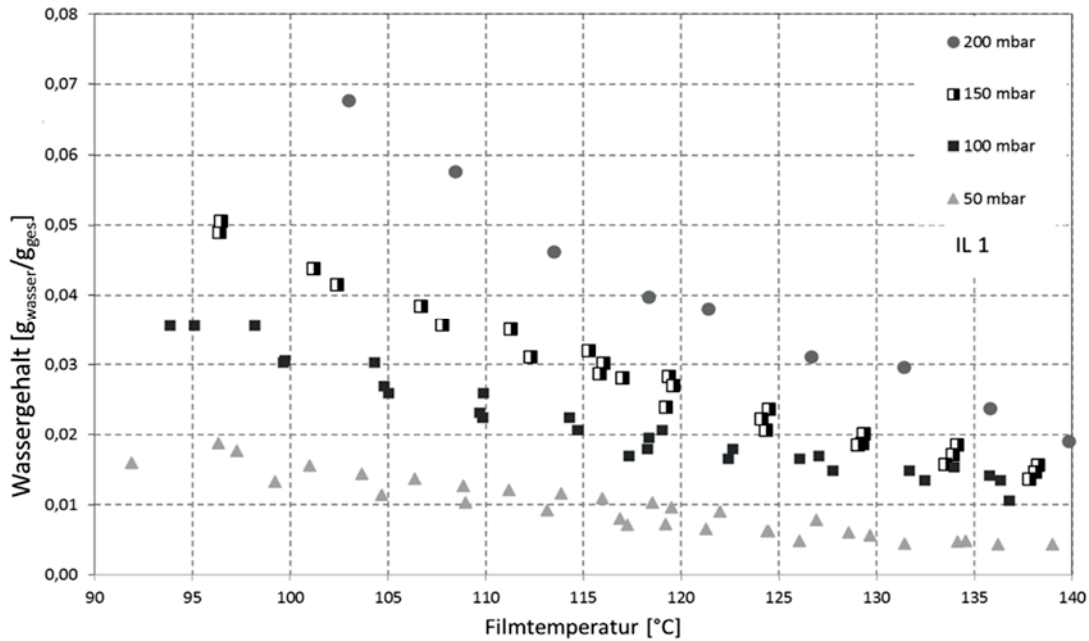


Abb. 5.11: Stationäre Wassergehalte im Batch für IL1

Es ist zu erkennen, dass beide Parameter einen deutlichen Einfluss auf den Wassergehalt haben. Dabei führen eine Erhöhung der Temperatur sowie eine Absenkung des Druckes zu einem geringeren Wassergehalt im stationären Zustand. Die Messdaten wurden danach verdichtet, so dass der lineare Verlauf jeder Druckstufe deutlich zu erkennen ist und durch eine Ausgleichsgerade dargestellt werden kann. Dies ist in Abb. 5.12 dargestellt.

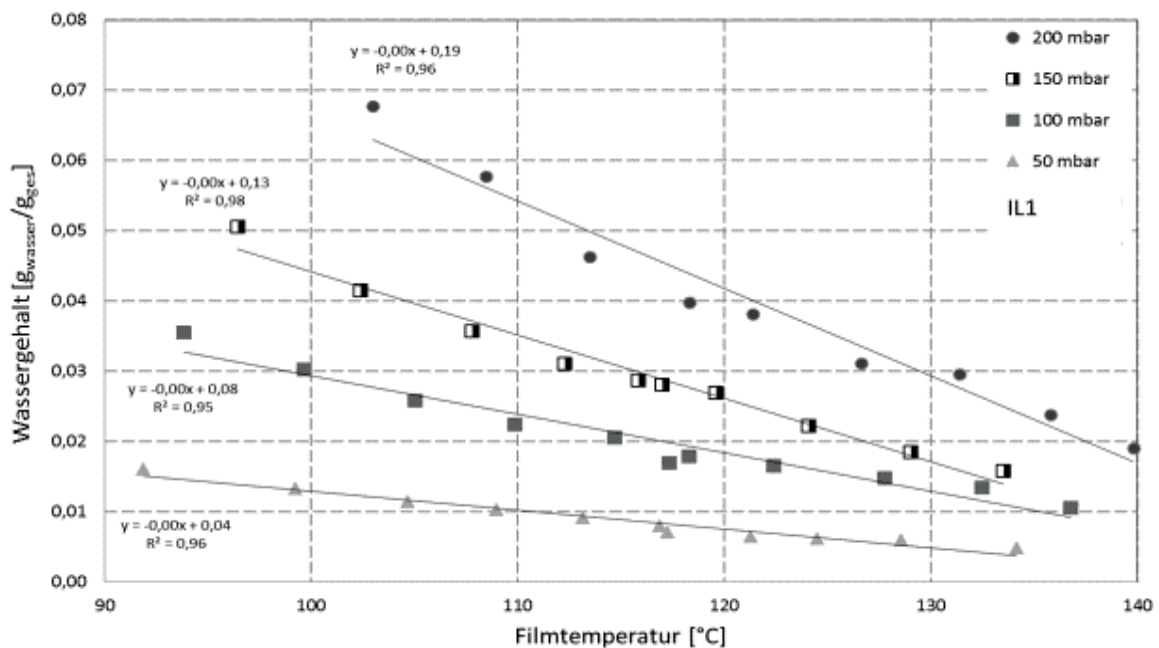


Abb. 5.12: Verdichtete Versuchsergebnisse

Da alle Gleichungen die Parameter Druck, Temperatur und Wassergehalt enthalten, können sie genutzt werden, um eine Fläche aufzuspannen, die die Interpolation aller Punkte im betrachteten Raum enthält. Diese Fläche zeigt dann die interpolierten Wassergehalte bei gegebenem Druck und Temperatur. Die für IL1 ermittelte Fläche ist in Abb. 5.13 dargestellt. Analoge Ergebnisse wurden für die anderen beiden IL erzielt.

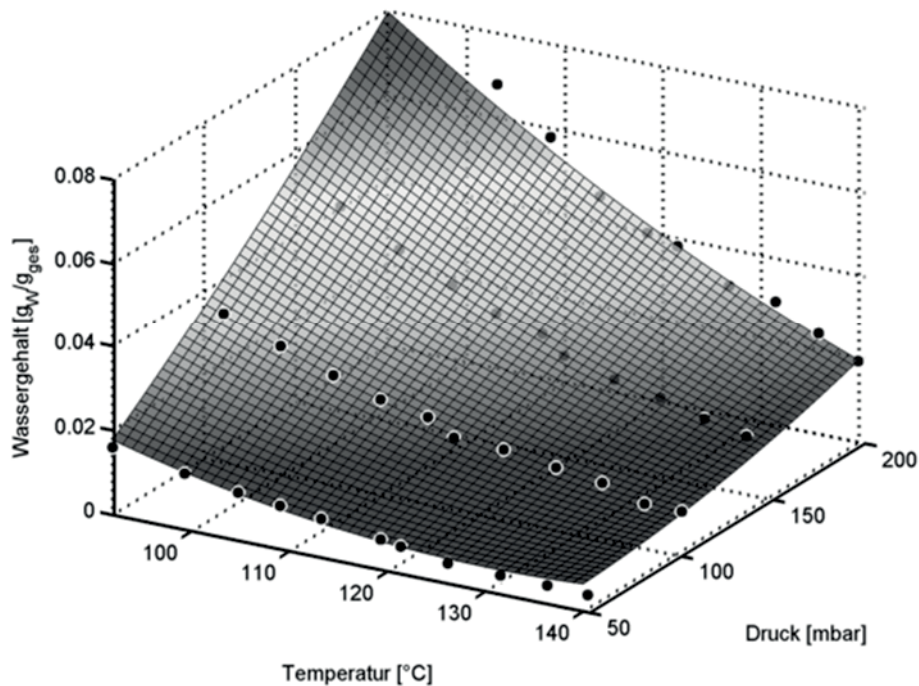


Abb. 5.13: Flächendarstellung des erreichbaren Wassergehaltes für IL1

Zusätzlich konnte in Versuchen zur kontinuierlichen Entwässerung gezeigt werden, dass der Fallfilmverdampfer geeignet ist, eine reproduzierbare Entwässerung zu gewährleisten. Allerdings zeigten sich bei höheren Feedmassenströmen höhere stationäre Wassergehalte als im Batch. Dieses Verhalten ist in Abb. 5.14 gezeigt.

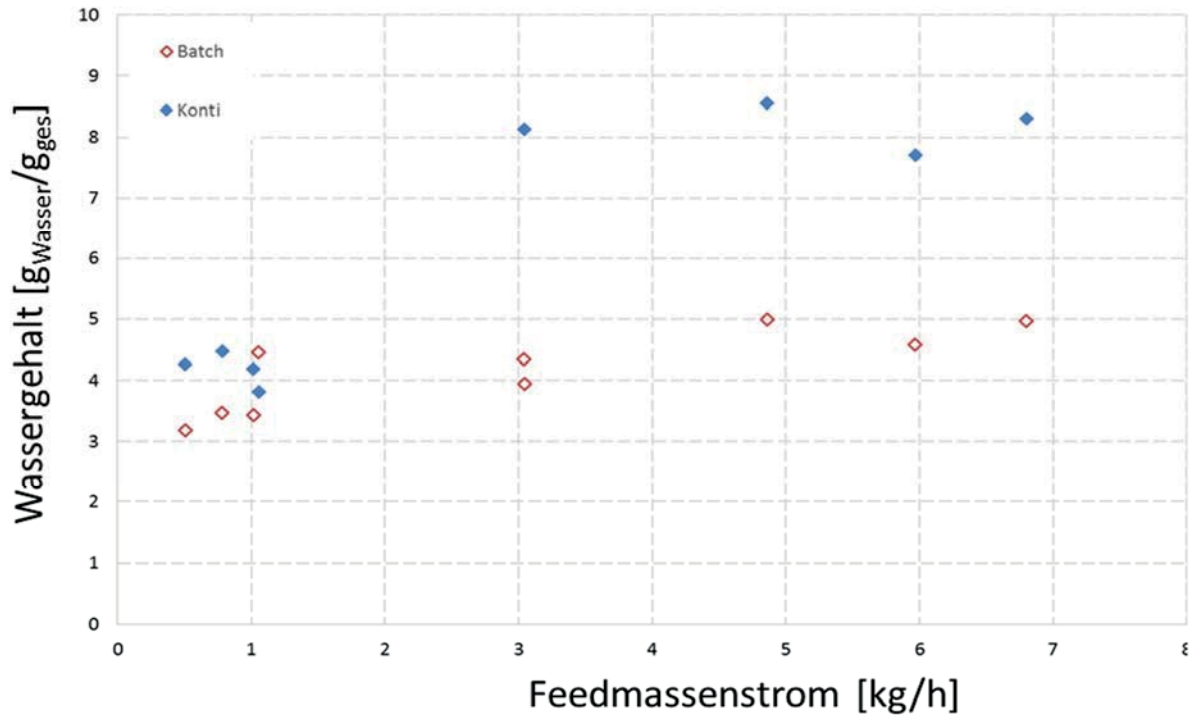


Abb. 5.14: Vergleich Batch- und Konti-Entwässerung

Die Viskosität stellt einen online leicht zugänglichen Prozessparameter dar und wurde daher als Referenzparameter zum Wassergehalt betrachtet. Es konnten Gleichungssysteme erstellt werden, mit denen der Wassergehalt im stationären Zustand bei Kenntnis von Temperatur und Viskosität berechnet werden kann. Diese Beziehungen können zur Prozesskontrolle verwendet werden.

Zusammenfassung

Es konnte gezeigt werden, dass Fallfilmverdampfer geeignet sind, sowohl kontinuierlich als auch diskontinuierlich ionische Flüssigkeiten thermisch schonend zu entwässern und bei geeigneter Wahl der Prozessparameter einen definierten Wassergehalt reproduzierbar zu erreichen. Hierzu konnten Gleichungssysteme auf empirischer Basis erstellt werden. Es konnten Unterschiede zwischen Batch- und Konti-Entwässerung festgestellt werden. Weiterhin konnten Gleichungen für die Verwendung der Viskosität als Kontrollparameter des Wassergehaltes aufgestellt werden.

Teile dieses Projektes wurden aus Haushaltsmitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft und Arbeit (BMWi) über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen „Otto von Guericke“ e.V. (AiF) finanziell gefördert.

5.3 Einfluss erhöhter Viskosität auf die Trennleistung von strukturierten Packungen in der Rektifikation

(Dissertation von Dr.-Ing. Christian Bradtmöller)

4. Bericht: Prof. Dr.-Ing. Stephan Scholl

5. Bericht: Prof. Dr.-Ing. Eugeny Kenig

Problemstellung

Die Rektifikation ist in der Prozessindustrie die wichtigste Methode für viele Stofftrennungen. Das „Arbeitspferd“ der Trennapparate¹¹ ist jedoch auch eine energieintensive Methode. In Folge steigender Anforderungen an die Energieeffizienz von Produktionsprozessen und der Notwendigkeit, Investitionen und Betriebskosten zu minimieren, kommt der Auslegung einer Kolonne eine besondere Wichtigkeit zu. Strukturierte Packungen bieten in diesem Kontext eine hohe Trennleistung (geringer HETP-Wert) bei gleichzeitig geringem Druckverlust und hohen maximalen Gasbelastungen.

Um im Rahmen der Auslegung eines Prozesses schnell, einfach und damit günstig eine Schätzung des Investitionsvolumens und der Betriebskosten vornehmen zu können, muss die Trennleistung einer Packung für die zu trennende Mischung bekannt sein. Diese bestimmt die notwendige Höhe der Kolonne bzw. das Rücklaufverhältnis und somit die Energiekosten. Nur bei bekanntem HETP-Wert kann der optimale Kompromiss zwischen Investitionshöhe und Betriebskosten bzw. Energieaufwand gewählt werden. Der HETP-Wert muss in Experimenten aufwendig bestimmt oder mit Stoffübergangsmodellen berechnet werden, denn Angaben der Hersteller oder Literaturwerte liegen normalerweise nur für eine geringe Anzahl von standardisierten Testgemischen vor. Auch die Stoffübergangsmodelle werden auf Basis von Experimenten mit diesen Testgemischen erstellt und validiert. Wenn nun die Eigenschaften des zu trennenden Gemisches, wie Dichte, Trennfaktor, Oberflächenspannung und Viskosität, oder der Betriebsdruck abweichen, wird eine Extrapolation vorgenommen, die u.U. zu starken Abweichungen zwischen berechneter und tatsächlicher Trennleistung führt. Insbesondere die Viskosität ist in diesem Kontext eine wichtige Größe, da sie Auswirkung auf die Fluidodynamik und den Stofftransport hat. Die in der Literatur bekannten und in der Industrie verwendeten Testgemische im Bereich der Rektifikation weisen jedoch eine sehr niedrige Viskosität auf. Erkenntnisse aus dem Bereich der Absorption können nicht ohne weiteres übertragen werden, da es sich zumeist um wässrige Mischungen handelt, deren Benetzungsverhalten stark von dem organischer Gemische abweicht und sich der Stofftransportwiderstand anders auf Gas- und Flüssigphase verteilt als bei typischen Rektifikationsbedingungen. Ansatz und Ziel der Arbeit war es daher, den Einfluss der Viskosität auf die Stofftrennung durch Rektifikation systematisch zu untersuchen, die Trennleistung bei verschiedenen Viskositäten zu messen und damit Daten für die Validierung und Weiterentwicklung von Modellen zur Verfügung zu stellen.

¹¹ Fair, J.R. (1990). „Distillation: King in Separations“. Chem. Proc., 53 (11), 23–30.

Experimentelle Vorgehensweise und Ergebnisse

In der vorliegenden Arbeit wurde der Einfluss der Viskosität der flüssigen Phase auf die Leistungsfähigkeit von Rektifikationskolonnen untersucht. Dafür wurden vier wesentliche Teilaspekte bearbeitet: 1) Auswahl und Charakterisierung eines binären Gemisches mit erhöhter Viskosität, 2) Untersuchung der Fluidodynamik, 3) Messung der Trennleistung, 4) Modellierung der Trennleistung. Zentrales Element waren Trennleistungsmessungen in einer Kolonne im Miniplantmaßstab DN50, in Abb. 5.15 dargestellt ist. Weiterhin wurde der dynamische Hold-up der Flüssigkeit in der Kolonne gemessen und durch Salzimpulse und Leitfähigkeitsmessungen unterhalb Schuss 4 die Verweilzeit der Flüssigkeit charakterisiert. Ergänzend wurden zudem an einer einzelnen Lage der strukturierten Packung Experimente durchgeführt.

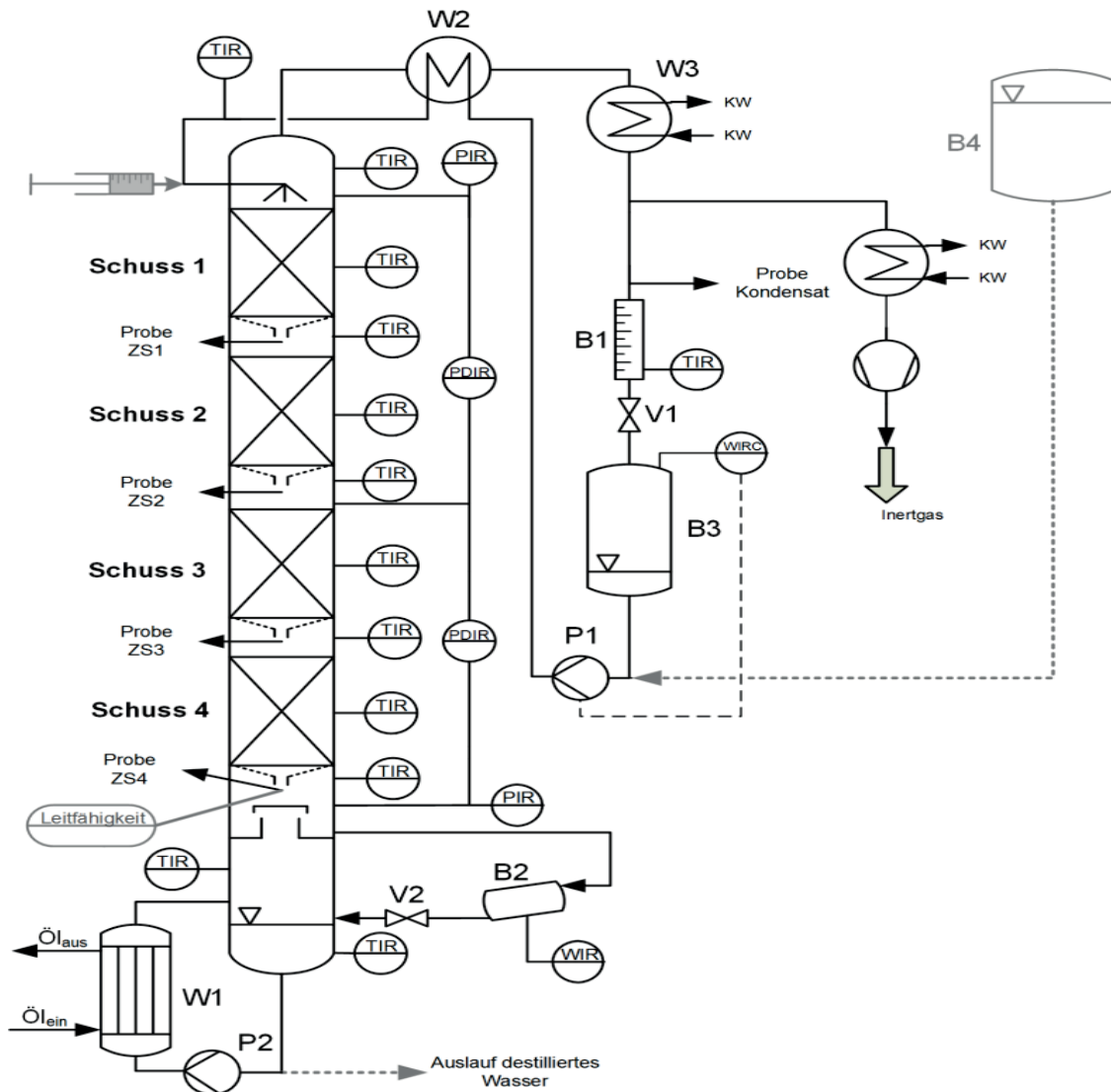


Abb. 5.15: Vereinfachtes Fließbild der Rektifikationskolonne mit Option zur Messung der Verweilzeit mit grauen, gestrichelten Linien

Es wurden zwei strukturierte Packungen getestet, die sich in ihrer Geometrie, speziell im Winkel der Wellung und damit dem Strömungsweg von Dampf- und Flüssigphase, unterscheiden. Dadurch kann der Einfluss dieses für die Trennleistung relevanten Parameters ebenso untersucht werden wie die Frage, ob der Einfluss der Viskosität jeweils unterschiedlich ausgeprägt ist. Es wurden Versuche mit dem niedrig viskosen Testgemisch Chlorbenzol/Ethylbenzol (CB/EB) und dem neuen, viskosen Gemisch 2-Methyl-2-butanol/2-Methyl-1-propanol (MB/MP) unter Variation der Gasbelastung durchgeführt. Dabei wurde der Betriebsdruck von 20 mbar bis 950 mbar variiert, da sich mit diesem die Siedetemperatur und die Viskosität der flüssigen Phase ändern. Allerdings wird durch die Änderung der Dampfdichte als Funktion des Druckes auch das Verhältnis von Gasbelastung (F-Faktor) und Flüssigkeitsbelastung geändert. Da dies einen Einfluss auf die Benetzung der Packungsoberfläche und somit die Phasengrenzfläche bei gleichem F-Faktor hat, bedarf eine Bewertung der Trennleistung immer dem Vergleich mit einer Referenz. Dies ist das Gemisch CB/EB, dessen Viskosität sich nur geringfügig mit Betriebsdruck und Temperatur ändert.

Auswahl und Charakterisierung eines binären Gemisches mit erhöhter Viskosität

Basierend auf einer Datenbankrecherche wurde das Gemisch MB/MP ausgewählt. Neben weiteren Eigenschaften waren die starke Zunahme der Viskosität bei abnehmendem Betriebsdruck und ein geringer Trennfaktor wesentliche Auswahlkriterien. Bei 950 mbar ist die Viskosität von MB/MP um den Faktor 1,9 gegenüber CB/EB erhöht, bei 20 mbar um den Faktor 6,6. Für das Testgemisch MB/MP wurden im ganzen Druckbereich isobare VLE-Daten gemessen und NRTL-Parameter bestimmt. Weiterhin wurden Dichte und Viskosität des Gemisches gemessen und die Temperaturabhängigkeit modelliert.

Bestimmung der Fluiddynamik

Die Fluiddynamik ist aus zwei Gründen wichtig für die Bewertung des Einflusses der Viskosität. Die Erhöhung der Viskosität führt zu einer Zunahme des Hold-up, was die maximale Gasbelastung der Kolonne verringert und die Strömungsgeschwindigkeit der Flüssigphase bestimmt. Weiterhin können sich die Strömungsformen ändern. Daher wurde der Hold-up der Flüssigkeit im Betrieb der DN50 Kolonne gemessen und diente auch zur Bewertung der entsprechenden Korrelationen von Stoffübergangsmodellen. In separaten Versuchen wurden wässrige Polymerlösungen unterschiedlicher Viskosität auf einer einzelnen Packungslage untersucht. Hierbei zeigten sich wesentliche Unterschiede insbesondere bei geringer Flüssigkeitsbelastung ($w_L = 5 \text{ m}^3\text{m}^{-2}\text{h}^{-1}$). Hier nehmen der Anteil der benetzten Oberfläche und die Schichtdicke der Flüssigkeit mit steigender Viskosität zu. Weiterhin zeigte sich, dass es zu einer intermittierenden Benetzung durch Tropfen kommt. Die Erhöhung der Viskosität führte zu einer Vergleichsmäßigung und dem Erreichen einer kontinuierlichen Benetzung bei geringeren Flüssigkeitsbelastungen. Unter anderem da das Verhalten der Flüssigkeit an den Kontaktpunkten der Packungslagen nicht

erfasst werden kann, wurden diese Erkenntnisse aber nicht direkt in die spätere Modellierung implementiert. In Verweilzeitmessungen wurde weiterhin der Einfluss der Viskosität auf die mittlere Verweilzeit sowie charakteristische Punkte der Verweilzeitverteilung untersucht.

Messung der Trennleistung

Die Trennleistung wurde für zwei Packungen der Firma Sulzer, Mellapak 500.Y und 500.X untersucht. Die M500.X weist eine höhere Neigung der Wellung auf. Dadurch fließt Flüssigkeit schneller ab und der Strömungsweg der Gasphase ist gegenüber der M500.Y kürzer, wodurch Geschwindigkeit, Druckverlust und die Trennleistung abnehmen. Dies entspricht einer Zunahme des HETP-Wertes. Beispielsweise zeigt Abb. 5.16 die Ergebnisse für M500.X, für die ein größerer Betriebsdruckbereich untersucht wurde. Abb. 5.16A zeigt die HETP-Werte für die niedrigviskose Referenz CB/EB. Hier nimmt der HETP-Wert mit steigender Gasbelastung bis etwa $F_G = 1,5 \text{ Pa}^{0,5}$ zu, dann wieder leicht ab. Dieses Verhalten ist teilweise der Geometrie der Packungselemente im Miniplantmaßstab geschuldet, genauer dem großen Spalt zwischen Packung und Kolonneninnenwand, und daher nicht zu verallgemeinern. Wichtig ist es hingegen festzuhalten, dass eine nur gering ausgeprägte Zunahme des HETP-Wertes mit abnehmendem Druck vorliegt. Wird nun mit den Ergebnissen der Messungen mit MB/MP in Abb. 5.16B verglichen, fällt die starke Zunahme des HETP für geringe Drücke, also die Abnahme der Trennleistung auf.

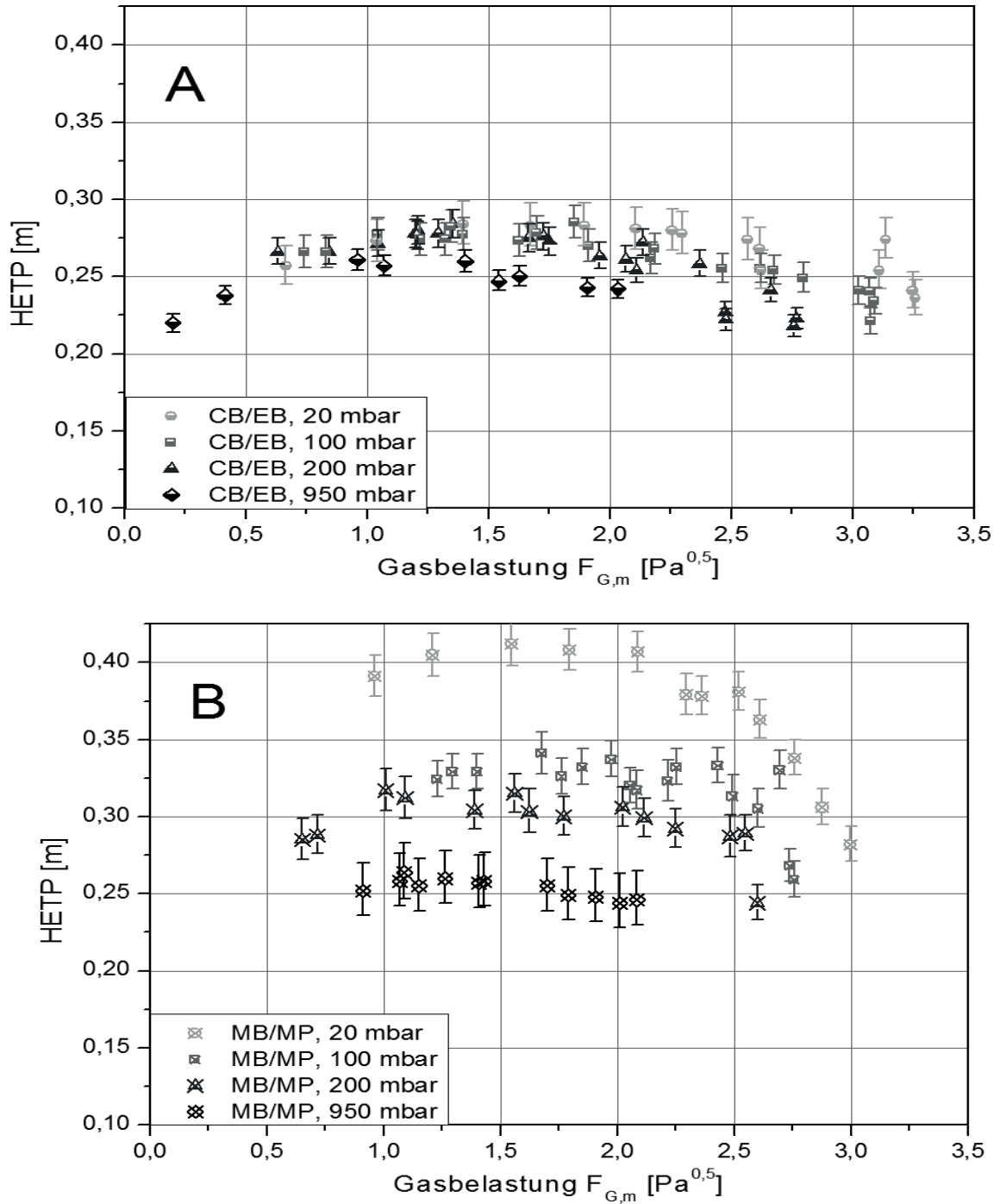


Abb.5.16: HETP-Werte der Packung Mellapak 500.X in Abhängigkeit der Gasbelastung für verschiedene Betriebsdrücke. A: Ergebnisse für Referenz CB/EB, B: Ergebnisse für viskoses Gemisch MB/MP

Bei 950 mbar wird für beide Gemische ein HETP-Wert von 0,25 m gemessen. Bei diesem Druck ist die Viskosität von MB/MP mit 0,5 mPa s niedrig und nur um den Faktor 1,6 höher als für CB/EB. Es kann postuliert werden, dass sich die übrigen stofflichen Unterschiede, die eine Verbesserung des Stoffübergangs bewirken, wie eine geringere Oberflächenspannung von CB/EB und höhere gaseitige Diffusionskoeffizienten, mit dem Effekt der höheren Viskosität die Waage halten. Werden nun die HETP-Werte bei niedrigeren Drücken in Abb. 5.16A und 5.16B verglichen, steigt der HETP-Wert für MB/MP bis auf 0,42 m an, für CB/EB nur auf 0,28 m. Dieser Unterschied des HETP um 50 % entspricht einer Abnahme der Trennleistung, gemessen als NTSM-Wert, um 33%. Dieser Effekt kann im Wesentlichen dem Einfluss der Viskosität zugeordnet werden, da sich die Viskosität für MB/MP in Relation zu CB/EB stark erhöht, während sich die übrigen Stoffeigenschaften für beide Gemische ändern, ihre Relation dabei aber annähernd gleich bleibt. Die starke Abnahme der Trennleistung ist auch unter Einbezug der Messunsicherheit signifikant, die durch die Fehlerbalken dargestellt ist, und damit von hoher Relevanz für die Auslegung von Rektifikationskolonnen. Die Abnahme der Trennleistung konnte auch bei der zweiten untersuchten Packung, der M500.Y, beobachtet werden. Diese Packung hat eine höhere Trennleistung bei größerem Druckverlust, die prozentuale Abnahme der Trennleistung entspricht aber bis auf geringe Abweichungen den für die M500.X dargestellten Ergebnissen.

4) Modellierung der Trennleistung

Es wurden drei Modelle zur Berechnung der Trennleistung angewendet und evaluiert. Dies ist das Delft-Modell¹², das Modell von Rocha, Bravo und Fair¹³ (SRP) sowie das von Hanley und Chen¹⁴. Letzteres zeigte gute Ergebnisse für CB/EB und die Standardpackung M500.Y, jedoch wesentlich zu hohe HETP-Werte für MB/MP und einen zu starken Einfluss des Neigungswinkels der Packung. Einen Auszug der Ergebnisse für die erstgenannten Modelle zeigt Abb. 5.17. Während das SRP-Modell für CB/EB gute Ergebnisse lieferte, konnte das Delft-Modell auch die Zunahme der HETP-Werte mit steigender Viskosität gut abbilden.

¹² Olujic, Ž. und Seibert, A.F. (2014). Chem. Biochem. Eng. Q., 28 (4), 409–424.

¹³ Rocha, J.A., Bravo, J.L. und Fair, J.R. (1996). Ind. Eng. Chem. Res., 35, 1660–1667.

¹⁴ Hanley, B. und Chen, C.-C. (2012). AIChE J., 58 (1), 132–152.

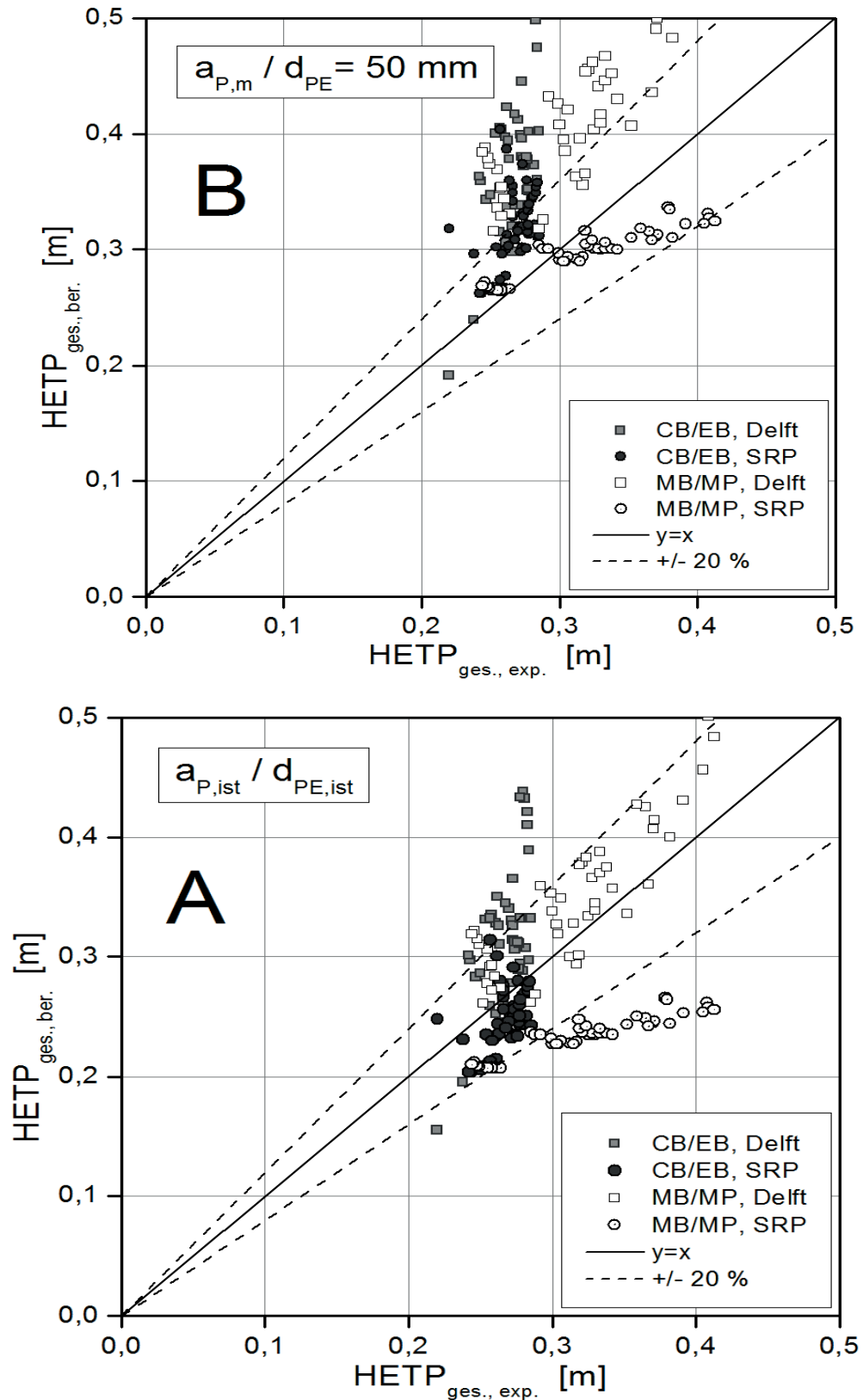


Abb. 5.17: Paritätsdiagramme der HETP-Werte aller Drücke für M500.X;
 A: Modellierung der realen Geometrie der Packungselemente;
 B: Vereinfachte Berechnung mit gemittelter spezifischer Oberfläche

Als wesentlich für dieses Ergebnis sind zwei Aspekte zu nennen: Erstens die jüngst im Delft-Modell angepasste Berechnung des flüssigkeitsseitigen Stoffübergangs¹² (k_L -Wert) und zweitens die Berücksichtigung der realen Packungsgeometrie in der Miniplantkolonne. Der erste Punkt bestimmt die Korrelation von experimentellen und berechneten HETP-Werten, die beim SRP-Modell zu einer zu geringen Steigung im Paritätsdiagramm führt. Eine dem Delft-Modell entsprechende Anpassung der Korrelation für den k_L -Wert führt auch für das SRP-Modell zu einer Verbesserung. Der zweite Punkt ist für diese Arbeit relevant, da insbesondere die verwendeten Packungselemente der M500.X den Querschnitt der Kolonne nicht vollständig ausfüllen und ein großer Spalt zwischen den Elementen und der Kolonneninnenwand auftritt. Abb. 5.17B zeigt das Ergebnis der Annahme, dass der Packungselementdurchmesser dem Innendurchmesser der Kolonne entspricht und für den gesamten Querschnitt mit einer entsprechend verminderten mittleren spezifischen Oberfläche $a_{p,m}$ gerechnet wird. In diesem Fall werden zu hohe HETP-Werte berechnet. Wird hingegen, wie in Abb. 5.17A dargestellt ist, der wahre Durchmesser der Elemente zu Grunde gelegt, wird für die untersuchten Packungen, Betriebsbedingungen und Testgemische eine merkliche Verbesserung der berechneten Trennleistungen erreicht. Hierfür wurde berücksichtigt, dass die Gasströmung aufgrund der Randabweiser auf einem Abschnitt des Strömungsweges eine höhere Strömungsgeschwindigkeit hat und die Flüssigkeitsbelastungen höher sind, als im vereinfachten Fall der Verwendung von $a_{p,m}$. Dieses Ergebnis stellt weiterhin eine allgemeine Möglichkeit zur Verbesserung der Anwendung von Trennleistungsmessungen im Miniplant-Maßstab dar.

Zusammenfassung

Der Einfluss der Viskosität auf die Trennleistung von Rektifikationskolonnen, speziell strukturierten Packungen, wurde mit einem niedrig viskosen Referenztestgemisch und einem neuen, viskosen Testgemisch erfolgreich experimentell bestimmt. Es konnte gezeigt werden, dass bereits eine Zunahme der Viskosität von einem Niveau von 0,5 mPa s auf Werte von bis zu 4,6 mPa s zu einer Zunahme des HETP-Wertes von 50 % führt. Der starke Einfluss der Viskosität bereits in diesem Wertebereich war bisher nicht bekannt und wurde so vielfach nicht erwartet. Der Einfluss entspricht aber gut der durch die O'Connell-Korrelation¹⁵ für Bodenkolonnen bekannten Abhängigkeit der Trennleistung vom Produkt $\alpha_{12} \cdot \eta_L$ (Viskosität \times Trennfaktor). Die Ergebnisse stellen daher eine wichtige Erkenntnis und Grundlage für die Verbesserung der Auslegung von Kolonnen und des Verständnisses der Stofftransportvorgänge in der Rektifikation dar. Insbesondere die Verwendung von zwei binären Testgemischen ohne Einsatz von viskositätssteigernden Polymeren bietet dabei die Möglichkeit, etablierte Stofftransportmodelle zu verbessern. Die Evaluierung von zwei weit verbreiteten Modellen hat gezeigt, dass der Einfluss der

¹⁵ Schweitzer, P.A. (1988). „Handbook of Separation Techniques for Chemical Engineers“. 2. Auflage. New-York: McGraw-Hill.

Viskosität teilweise stark unterschätzt wird, aber durch eine Änderung der Korrelation zur Berechnung des flüssigkeitsseitigen Stoffübergangskoeffizienten k_L verbessert werden kann. Durch eine relativ einfache Modellierung der miniplantspezifischen Geometrie der Packungselemente wurde weiterhin eine wesentliche Verbesserung der berechneten Trennleistungen erreicht.

Dieses Projekt wurde durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) gefördert.

6 Veröffentlichungen und Vorträge

6.1 Veröffentlichungen

Scholl, S., Augustin, W. (Hrsg.): Boxler, C.: *Fouling by milk constituents and cleaning of modified surfaces*, ICTV Schriftenreihe Bd. 22, Cuvillier Verlag Göttingen 2015

Benezech, T., Cunault, C., Föste, H., Augustin, W., Bouvier, L., Faille, C.: *Hygienic engineering is now facing new challenges in terms of food safety and sustainability: Susclean, a European research collaborative project involving 8 EU countries as a show-case*, 12th International Congress on Engineering and Food, Quebec, Canada, 14.06. – 18.06.2015

Bradtmöller, C., Janzen, A., Crine, M., Toyé, D., Kenig, E., Scholl, S.: *Influence of Viscosity on Liquid Flow Inside Structured Packings*, Ind. Eng. Chem. Res. 54 (2015), pp. 2803-2815

Bradtmöller, C., Scholl, S.: *Geometry and viscosity effects on separation efficiency in distillation*, Chem. Eng. Res. Des. 99 (2015), pp 75-86

Cunault, C., Faille, C., Bouvier, L., Föste, H., Augustin, W., Scholl, S., Debreyne, P., Benezech, T.: *A novel set-up and a CFD approach to study the biofilm dynamics as a function of local flow conditions encountered in fresh-cut food processing equipment*, Food Bioprod. Process. 93 (2015), pp. 217-223

Goedecke, R., Scholl, S.: *Investigation of Innovative Pillow Plate Thermosiphon, Reboilers in Laboratory and Pilot Plan*, Achema 2015, Frankfurt/Main, Germany

Goedecke, R., Scholl S.: *Enlarged operation ranges of thermosiphon reboilers using pillow plates*, Chem. Eng. Res. Des. 99 (2015), pp. 58-66

Goedecke, R., Scholl S.: *Experimentelle Untersuchungen eines Thermoblechapparates als Naturumlaufverdampfer*, Chem. Ing. Tech. 87 (2015), pp. 244-252



Gomes da Cruz, L., Ishiyama, E.M., Boxler, C., Augustin, W., Scholl, S., Wilson, D.I.: *Value pricing of surface coatings for mitigating heat exchanger fouling*, Food Bioprod. Process. 93 (2015), pp. 343-363

Gottschalk, N., Kuschnerow, J. C., Föste, H., Augustin, W., Scholl, S.: *Experimentelle Untersuchung zur Foulingneigung einer Polymerdispersion auf modifizierten Oberflächen*, Chem. Tech. 87 (2015), pp. 600-608

Gottschalk, N., Kuschnerow, J.C., Föste, H., W., Augustin, W., Scholl, S.: *Experimentelle Untersuchung zur Foulingminderung einer Polymerdispersion auf modifizierten Oberflächen*, Chem.-Ing.-Tech. 87 (2015), pp. 600-608

Hartig, D., Waluga, T., Scholl, S.: *Expanding the elution by characteristic point method to columns with a finite number of theoretical plates*, Journal of Chromatography A 1413 (2015). pp. 77-84

Helbig, M., Föste, H., Augustin, W., Scholl, S., Majschak, J.-P.: *Local cleaning time measurements of food based soil in a sudden expansion: Effects of process parameters*, Proceedings of 11th Int. Conf. on Heat Exchanger Fouling and Cleaning 2011, Enfield, Ireland, 07.06. – 12.06.2015

Joseph, S., Rappolt, M., Schoenitz, M., Huzhalska, C., Augustin, W., Scholl, S., Bunjes, H.: *Stability of the Metastable α -Polymorph in Solid Triglyceride Drug Carrier Nanoparticles*, Langmuir 31 (2015), pp. 6663-6674

Li, Y., Wengerter, M., Gerken, I., Scholl, S., Brandner J. J.: *Development of an efficient emulsification process using miniaturized process engineering equipment*, Keynote lecture Mixing '15, 25.06.-03.07.2015, St. Petersburg, Russia

Mayer, M., Bucko, J., Benzinger, W., Dittmeyer, R., Augustin, W., Scholl, S.: *Modelling fouling for microscale heat exchangers*, Exp. Heat Transfer 28 (2014), pp. 222-234

Schoenitz, M., Augustin, W., Scholl, S.: *Challenges in Cleaning Microstructured Devices*, Food Bioprod. Process. 93 (2015), pp. 283-288

Schoenitz, M., Finke, J.H., Melzig, S., Hohlen, A., Warmeling, N., Müller-Goymann, C., Augustin, W., Scholl, S.: *Fouling in a Micro Heat Exchanger During Continuous Crystallization of Solid Lipid Nanoparticles*, Heat Transfer Eng. 36 (2015) 7-8, pp. 731-740

Schoenitz, M., Grundemann, L., Augustin, W., Scholl, S.: *Fouling in microstructured devices: A review on the current state of research*, Proceedings of 11th Int. Conf. on Heat Exchanger Fouling and Cleaning 2011, Enfield, Ireland, 07.06. – 12.06.2015



Schoenitz, M., Grundemann, L., Augustin, W., Scholl, S.: *Fouling in microstructured devices: a review*, Chem. Commun. 51 (2015), pp. 8213-8228

Siebeneck, K., Augustin, W., Scholl, S., Richter, K., Müller, R., Landgrebe, D., Stein, C., Bialuch, I., Bräuer, G.: *Beschichtung contra Fouling*, UMFORMtechnik (2015), pp. 24-25

Siebeneck, K., Augustin, W., Scholl, S.: *Aging and thermal conditioning of modified heat exchanger surfaces - Impact on crystallization fouling*, Proceedings of 11th Int. Conf. on Heat Exchanger Fouling and Cleaning 2011, Dublin, Ireland, 07.06. – 12.06.2015

Siebeneck, K., Lüken, J., Lu, Y., Augustin, W., Scholl, S.: *Aging and thermal conditioning of modified heat exchanger surfaces - Impact on crystallization fouling*, Proceedings Heat Exchanger Fouling and Cleaning, Dublin, Ireland, 07-12.06.2015

Siebeneck, K.; Popov, W.; Stefanak, T., Scholl, S.: *Pillow Plate Heat Exchangers, Investigation of Flow Characteristics and Wetting Behavior at Single-Flow Conditions*, Chem. Ing. Tech., Vol. 87Nr. 3 82015), pp. 44-51

Waluga, T., Scholl, S.: *Process Design Aspects for Reaction-Integrated Adsorption in Multi-Enzymatic Catalysis*, Chem. Eng. Technol. 38 (2015), pp. 1817-1826

Wengerter, M., Li, Y., Gerken, J., Brandner, J.J., Scholl, S.: *μ KontE: Energy efficient continuous production of a binder emulsion using micro structured mixers*, microfluidics 2015,04.-05.11.2015, Rueil-Malmaison, France

Wengerter, M., Li, Y., Nieder, H., Brandner, J.J., Scholl, S.: *μ KontE: Energieeffiziente Bindemittelproduktion durch kontinuierlichen Betrieb mikrostrukturierter Mischer*, ProcessNet Jahrestreffen Fachgruppe Fluidodynamik und Trenntechnik 2015, 09.-11.09.2015, Bamberg, Gemany

Wengerter, M., Li, Y., Nieder, H., Brandner, J.J., Scholl, S.: *μ KontE: Verfahrensüberführung von absatzweiser zur kontrollierter Bindemittelproduktion mit mikrostrukturierten Apparaten*, ProcessNet Jahrestreffen Fachgruppe Mikroverfahrenstechnik 2015, 14.09.2015, Frankfurt, Gemany

Wesche, M., Häberl, M., Kohnke, M., Scholl, S.: *Ökologische Bewegung von Produktionsprozessen in Mehrproduktbatchanlagen*, Chem. Ing. Techn., 87, No. 3, pp. 203-215



Viere, T., Hottenroth, H., Lambrecht, H., Paschetag, A., Rützer, N., Wesche, M., Scholl, S.: *Operationalisierung von Nachhaltigkeit im Produktionskontext: Integrierte Ressourceneffizienzanalyse zur Senkung der Klimabelastung von Produktionsstandorten der chemischen Industrie*; Forschung für Nachhaltigkeit an deutschen Hochschulen, Buchreihe, World Sustainability Series, Springer, Berlin

Hartig, D., Waluga, T., Scholl, S.: *Determination of adsorption isotherms for API isolation and purification with minimum product quantities*, 1st Symposium on Pharmaceutical Engineering Research (SPhERe), Haus der Wissenschaft, Braunschweig, Germany, 19.-20.10.2015

Hartig, D., Waluga, T., Scholl, S.: *Expanding the elution characteristic point method to columns with a finite number of theoretical plates*, J. Chromatogr. A., 1413 (2015), pp. 77-84

Rehbein, M.C., Schoenitz, M., Scholl, S.: *Characterization of a continuous ultrasound emulsification device for the production of solid lipid nanoparticles*, 1st Symposium on Pharmaceutical Engineering Research (SPhERe), Haus der Wissenschaft, Braunschweig, Germany, 19.-20.10.2015

Haas, P., Gaid, M., Beerhues, L., Scholl, S.: *Hyperforin extraction from hypericum perforatum root cultures*, 1st Symposium on Pharmaceutical Engineering Research (SPhERe), Haus der Wissenschaft Braunschweig, Germany, 19.-20.10.2015

Gaid, M., Haas, P., Beuerle, T., Scholl, S., Beerhues, L.: *Hypericum root cultures for production of hyperforin*, 1st Symposium on Pharmaceutical Engineering Research (SPhERe), Haus der Wissenschaft, Braunschweig, Germany, 19.-20.10.2015

Meise, M., Schoenitz, M., Kuschnerow, J.C., Eckert, A., Schmale, C., Kunick, C., Scholl, S.: *Early process development of scalable synthesis for poorly water-soluble API*, 1st Symposium on Pharmaceutical Engineering Research (SPhERe), Haus der Wissenschaft, Braunschweig, Germany, 19.-20.10.2015

Wesche, M., Häberl, M., Falk, H., Stelzer, V., Scholl, S.: *Estimation of efficiency potentials generated by using innovative apparatus concepts*;ACHEMA 2015, Frankfurt/Main, Germany

Gaid, M., Haas, P., Beuerle, T., Scholl, S., Beerhues, L.: *Hyperforin production in Hypericum perforatum root cultures*, J. Biotechnol., 222 (2016), pp. 47-55

Bratmöller, C., Scholl, S.: *Proposal for a Viscous Test Mixture - Densities, Viscosities and Vapor-Liquid Equilibrium Data of the Binary Mixture 2-Methyl-1-propanol*, J. Chem. Eng. Data, 61 (2016) 1, pp. 272-285

Goedecke, R., Drögemüller, P., Augustin, W., Scholl, S.: *Measurement of crystallization fouling resistances in a double pipe heat exchanger with wire matrix inserts*, Heat Transfer Eng. 37 (2016), pp. 24-31

Li, Y., Wengerter, M., Gerken, I., Nieder, H., Scholl, S., Brandner, J. J.: *Development of an efficient emulsification process using miniaturized process engineering equipment*, Chem. Eng. Res. Des. 108 (2016) 23-29

Stehmann, F., Prziwara, P.; Bradtmöller, C., Schoenitz, M., Scholl, S.: *Adsorption Equilibria of Dimethyl Carbonate and Ethyl Methyl Carbonate onto Activated Carbon*, Chemie Ingenieur Technik. 88 (2016) 3, pp. 327-335

Paschetag, A., Wesche, M., Nieder, H., Scholl, S.: *Integration of ecological aspects during process development and design - A case study of batch to continuous production*; Procedia CIRP, 48, 532-537 Conference on Life Cycle Engineering; 23.05.2016 Berlin (in print)

Wang, S., Schlüter, F., Gottschalk, N., Scholl, S., Wilson, D.I., Augustin, W.: *Aseptic zero discharge fluid dynamic gauging for measuring the thickness of layers of soft solids on surfaces*, Chem.-Ing.-Tech. 88 (2016) 10, pp. 1530-1538

Stehmann, F., Jahnke, S., Balmforth-Slater, C., Scholl, S.: *Adsorptive Exhaust Gas Cleaning for Recycling of Li-Ion-Batteries*, PRiME 2016, Honolulu, HI, USA, 02.-07.10.2016

6.2 Vorträge

Augustin, W., Scholl, S.: *Ablagerungs- und Reinigungsverhalten von Antifouling-Schichten auf Basis von modifiziertem Kohlenstoff*, Conference "Vakuumbeschichtung und Plasma-Oberflächentechnik", Workshop "Beschichtungen für Biotechnologie und Medizintechnik", Dresden, Germany, 12.10. – 15.10.2015

Augustin, W., Scholl, S.: *Quantifizierung von Fouling in Wärmeübertragern*, Prozess-Net-Jahrestreffen Fluidynamik und Trenntechnik, Bamberg, Germany, 09.09-11.09.2015; in: Chem.-Ing.-Tech. 87 (2015) 8, p. 1093

Goedecke, R., Piper, M., Tran, J., Kenig, E., Sommerfeld, S., Wetzel, A., Femmer, U., Scholl, S.: *Efficient Process through use of pillow in evaporation and condensation*, BMBF-Status Konferenz, Berlin, Germany, 04/2015

Goedecke, R., Süß, J., Scholl, S.: *Modellierung eines Thermoblech Naturumlaufdampfer*, ProcessNet Fachgruppe Trocknungstechnik und Wärme- und Stoffübertragung, 2015, Leipzig, 04.03.-03.03.2016

Haas, P., Scholl, S.: *Rückgewinnung von Elektrolytkomponenten aus Lithium-Ionen-Batterien durch Fest-Flüssig-Extraktion*, ProcessNet Jahrestagung der Fachgruppen Extraktion und Mischvorgänge, Heidelberg, Gemany, 16.-17.03.2015

Scholl, S.: *Innovative Equipment and Plant Concepts für Increased Production Process Efficiency - InnovA²*, BMBF- Status-Konferenz, Berlin Germany, 04/2015

Siebeneck, K., Augustin, W., Scholl, S.: *Ein Ansatz zur DLC-Innenbeschichtung von Rohren zur Foulingminderung*, ProcessNet-Fachausschuss Wärme- und Stoffübertragung, Leipzig, 04.-06.03.2015

Siebeneck, K., Augustin, W., Scholl, S.: *Ein Ansatz zur DLC-Innenbeschichtung von Rohren zur Foulingminderung*, Jahrestreffen der Fachgruppen Trocknungstechnik und Wärme-und Stoffübertragung, Leipzig 04.-06.03.2015 (Posterbeitrag)

Stehmann, F., Scholl, S.: *Adsorption von Batterieelektrolytkomponenten aus einem Inertgas an Aktivkohle*, Jahrestreffen der ProcessNet- Fachgesellschaft Fluidverfahrenstechnik, Bamberg, Germany, 08.-11.09.2015

Stehmann, F., Scholl, S.: *Adsorptive Abgasreinigung- Adsorption von Batterieelektrolytkomponenten an Aktivkohle*, Jahrestreffen der ProcessNet- Fachgruppe Adsorption, Oldenburg, Germany, 25.-27.02.2015

Wesche, M., Häberl, M., Kohnke, M., Stelzer, V., Müller, D., Falk, H., Scholl, S.: *Assessment of efficiency increase due to the application of innovative equipment*, BMBF-Status-Konferenz, Berlin, Germany, 04/2015

Wesche, M., Häberl, M., Scholl, S.: *Ökologische und ökonomische Prozesspotentiale durch innovative Apparate in der chemischen Produktion*, Jahrestreffen der Fachgemeinschaft Wärme- und Stoffübertragung, 04.-06.03.2015, Leipzig, Deutschland

Denz, N., Bruns, M., Paschetag, A., Wesche, M., Scholl, S.: *Combining Material Flow Models and Heat Integration für Intergrated Resource Efficiency Analysis in the Chemical Industry*; Vancouver, LCA XV, 7th October 2015

Wesche, M., Häberl, M., Kohnke, M., Scholl, S.: *Integration of ecological aspects in sustainable special chemical production in multi-purpose plants*; Vancouver, LCA XV, 7th October 2015



Haas, P., Gaid, M., Beerhues, L., Scholl, S.: *Wirkstoffgewinnung aus Hypericum perforatum-Wurzelkulturen*, Jahrestreffen der ProcessNet-Fachgruppen Extraktion und Grenzflächenbestimmte Systeme und Prozesse, Weimar, Germany, 14.-15.03.2016

Hartig, D., Scholl, S.: *Using the Elution by Characteristic Point Method on packed zeolite columns with a small number of theoretical plates*, 12th International Conference on the Fundamentals of Adsorption, Graf-Zeppelin-Haus Friedrichshafen, Germany, 29.05.-03.06.2016

Hartig, D., Scholl, S.: *Charakterisierung von Zeolithen in selbstgepackten Säulen mittels einer Erweiterung der Elution by Characteristic Point Methode*, Jahrestreffen der ProcessNet-Fachgruppen Adsorption und Gasreinigung, Wyndham Hotel Duisburg, 17.-18.02.2016

Gottschalk, N., Augustin, W., Scholl, S.: *Charakterisierung von Reinigungsprozessen weicher Ablagerungen in der Lebensmittelproduktion mittels Fluid Dynamic Gauging*, ProzessNet-Fachausschuss Lebensmittelverfahrenstechnik, Erlangen, 10.03. - 11.03.2016

Grimm, J., Oettel, C., Ziemer, I., Unterlauff, A., Augustin, W., Scholl, S.: *Development of an online detection method to monitor growth and detachment of biofilms*, BIOFILMS 7, Porto, Portugal, 26.06 -28.06.2016

Lu, Y., Yuan, S., Siebeneck, K., Stehmann, F., Scholl, S.: *Untersuchung der Fluidodynamik viskoser Rieselfilme an einer ebenen Platte*, Jahrestreffen der ProcessNet-Fachgruppe Wärme-und Stoffübertragung, Kassel, Germany, 01.-02.03.2016

Möbius, M., Scholl, S.: *Adsorptive Reinigung Ionischer Flüssigkeiten für deren Wiedereinsatz in der Celluloseauflösung und Funktionalisierung*, Jahrestreffen der ProcessNet-Fachgruppen Adsorption und Gasreinigung, Wyndham Hotel Duisburg, 17.-18.02.2016

Schlüter, F., Augustin, W., Scholl, S.: *Chemische und mechanische Verfahren der Reinigung von Wärmeübertragern*, WTT-Expo 2016, Karlsruhe, 01.06.2016

Paschetag, A., Wesche, M., Nieder, H., Scholl, S.: *Integration of ecological aspects during process development and design - A case study of batch to continuous production*; 23rd CIRP Conference on Life Cycle Engineering; 23.05.2016 Berlin

Möbius, M., Scholl, S.: *Adsorptive purification of Ionic Liquids für their reuse in cellulose dissolution and functionalization*, 12th International Conference on the Fundamentals of Adsorption, Graf-Zeppelin-Haus Friedrichshafen, Germany, 29.05.-03.06.2016

Stehmann, F., Scholl, S.: *Adsorption of Components of Li-ion Battery Electrolyte onto Activated Carbon*, 12 th International Conference on the Fundamentals of Adsorption, Graf-Zeppelin-Haus Friedrichshafen, Germany, 29.05.-03.06.2016

Stehmann, F.; Lu, Y.; Scholl, S.: *Untersuchung der Fluidodynamik viskoser Fallfilme an einer ebenen Platte*, ProcessNet -Jahrestagung 2016, Aachen, Germany, 12.-15.09.2016

Möbius, M., Scholl, S.: *Purification kinetics of imidazolium based Ionic Liquids and the sustainable reuse of purified IL in cellulose dissolution*, 8th Green Solvents Conference, Kiel, Germany, 16.-19.10.2016 2016

Schlüter, F., Schnöing, L., Zakaria, A., Augustin, W., Scholl, S.: *Lokale Foulingbestimmung mittels faseroptischer Temperaturmessung*, Jahrestreffen der ProcessNet-Fachgemeinschaft Prozess-, Apparate- und Anlagentechnik 2016, Karlsruhe, Germany, 14.-15.11.2016

7 Forschungsaufenthalte im Ausland und Gastwissenschaftler

7.1 Auslandsaufenthalte

University of Cambridge, GB:

- Dr.-Ing. Wolfgang Augustin
- Dipl.-Ing. Florian Schlüter

7.2 Gastwissenschaftler

Shiyao Eric Wang, University of Cambridge, UK

8 Mitarbeit in Gremien

Prof. Dr.-Ing. Stephan Scholl

seit 01.07.2003	Vertreter der Fakultät für Maschinenbau der TU Braunschweig im Fakultätentag Maschinenbau und Verfahrenstechnik FTMV e.V.
seit 20.06.2005	berufenes Mitglied im Beirat der ProcessNet Fachgruppe „Adsorption“
seit 01.07.2006	berufenes Mitglied im Beirat der ProcessNet Fachgruppe „Wärme- und Stoffübertragung“

seit 24.07.2007	berufenes Mitglied im Beirat der ProcessNet Fachgruppe „Fluidverfahrenstechnik“
seit 16.06.2008	berufenes Mitglied im Beirat der ProcessNet Fachgruppe „Aus- und Fortbildung in der Verfahrenstechnik“
seit 01/2009	Mitglied im Editorial Advisory Board des <i>Journal of Non-Equilibrium Thermodynamics</i>
04/2013 – 03/2015	Studiendekan der Fakultät für Maschinenbau
seit 04/2014	Mitglied der Kommission für das Sprachenzentrum der TU Braunschweig
04/2015 – 03/2017	Mitglied im Fakultätsrat
 Dr.-Ing. Wolfgang Augustin	
seit 01.04.2007	Mitglied der Strategiekommission der TU Braunschweig
seit 01.07.2013	Stellvertr. Vorsitzender der Strategiekommission der TU Braunschweig
 Dipl.-Ing. Marcus Möbius	
seit 10/2014	Mitglied der DV-Kommission
 Dipl.-Ing. Dipl.-Wirtsch-Ing. Matthias Wengerter	
seit 04/2013	Mitglied im Promotionsausschuss der Fakultät für Maschinenbau
seit 10/2010	Mitglied der kreativen jungen Verfahrensingenieure „kjVI“ des VDI
seit 10/2014	Erster Vorsitzender der kreativen jungen Verfahrensingenieure „kjVI“ des VDI und Mitglied im Beirat der VDI-GVC





