

Inhaltsverzeichnis

Vorwort XI

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

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

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

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

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

5.3.4.5	Modellversuche im Miniplant	364
5.3.4.6	Zusammenfassung	365
5.3.5	Zerkleinern	366
	<i>Wolfgang Scheibe</i>	
5.3.5.1	Vorbemerkungen	366
5.3.5.2	Grob- und Mittelzerkleinerung	368
5.3.5.3	Fein- und Feinstzerkleinerung	370
5.3.5.4	Schlussfolgerungen	378

6 Betrieb von Miniplant-Anlagen 381

Juan R. Herguijuela

6.1	An- und Abfahren	381
6.1.1	An- und Abfahren von Einzelapparaten	381
6.1.2	An- und Abfahren von Miniplant-Anlagen	383
6.2	Versuchsablauf und -dauer	384

7 Beispiele von Miniplant-Anlagen 387

Juan R. Herguijuela

7.1	Einleitung	387
7.2	Aufarbeitung einer Kristallisationsmutterlauge	389
7.3	Katalysatorrückführung mittels Reaktivrektifikation	391
7.4	Quenchkondensation eines Reaktionsprodukts	394
7.5	Einsatz von neuen Trennverfahren zur Gleichgewichtsverschiebung bei einer chemischen Reaktion	398
7.5.1	Pervaporation	398
7.5.2	Simulierte Gegenstromchromatographie	400
7.6	Schlussbemerkung	405

8 Geht es noch kleiner? 407

Andreas Pfennig

8.1	Miniaturisierung zum Schließen der Stoffkreisläufe	409
8.2	Miniaturisierung in der Produktion	412
8.3	Miniaturisierung für das Scale-up	413
8.4	Detailmodellierung basierend auf Laborversuchen	414

Sachverzeichnis 419