



**Endbericht für das DBU-Forschungsprojekt
„Vom Batch zur Kontifertigung: Neue Prozessfenster und Ferti-
gungsstrategien durch Mikroproduktionstechnologie“
(AZ 25833)**

Berichtszeitraum: 01.01.2008 – 31.12.2010



Prof. Dr.-Ing. S. Scholl
Institut für Chemische und Ther-
mische Verfahrenstechnik
Langer Kamp 7
38106 Braunschweig



Dr. Norbert Fischer
Pelikan Produktionsgesellschaft
mbH & Co. KG
Pelikanstraße 11
31228 Peine

März 2011



Inhaltsverzeichnis

1. Zusammenfassung	1
2. Anlass und Zielstellung	3
3. Darstellung der Arbeitspakete	5
3.1. Arbeitspakete zur Farbenherstellung	5
3.2. Arbeitspakete zur Erweiterung für andere Produktgruppen	6
4. Ergebnisse	9
4.1. Modellsystem für die Mikrokontiproduktion	9
4.2. Beschaffung, Aufbau und Inbetriebnahme der Versuchsanlage	10
4.3. Qualitätsbeurteilung der Schreibfarben	11
4.4. Rezepturadaption	12
4.5. Mischerscreening und Untersuchung unterschiedlicher Fahrweisen	16
4.6. Einleitung der Farbreaktion	31
4.7. Wärmeintegration durch Mikrowärmeübertrager	32
4.8. Produktwechsel	35
4.9. Spül- und Reinigungsverhalten	38
4.10. Produktionsplanung und Produktionsschema für ein Jahr	41
4.11. Automatisierung der Versuchsanlage	43
4.12. Implementierungsstudie am Standort Pelikan	44
4.13. Numerische Strömungssimulation von Strömung und Mischung	45
4.14. Ökologische Bewertung der beiden Prozessvarianten	45
4.15. Vorgehensweise zur Übertragung von Prozessen von Batch nach Mikrokonti	48
5. Veröffentlichungen und Danksagung	51
6. Literaturverzeichnis	52



Formelzeichen und Indizes

A	[m ²]	Fläche
a	[-]	Rot-Grün Anteil im CIE Lab Farbraum
B	[m]	Breite des Kanals
b	[-]	Gelb-Blau Anteil im CIE Lab Farbraum
c _p	[J kg ⁻¹ K ⁻¹]	Wärmekapazität
C	[m]	Benetzter Umfang eines Kanals
d	[m]	Durchmesser
H	[m]	Höhe des Kanals
k	[W m ² K]	Wärmedurchgangskoeffizient
L	[-]	Helligkeitswert im CIE Lab Farbraum
l	[m]	Länge
\dot{m}	[kg s ⁻¹]	Massenstrom
n	[-]	Anzahl
P	[bar]	Druck
Q	[W]	Wärmestrom
T	[°C]	Temperatur
\dot{v}	[m ³ s ⁻¹]	Volumenstrom
V	[m ³]	Volumen
ε	[W kg ⁻¹]	Spezifische dissipierte Energie
η	[%]	Wirkungsgrad
ρ	[kg m ⁻³]	Dichte



Indices

eff	effektiv
K	Mikrokanal
m	Mittel
P	Folien einer Passage
HS	heiße Seite
KS	kalte Seite
1	Einlass
2	Auslass



Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Fließbild der Versuchsanlage zur kontinuierlichen Schreibfarbenproduktion unter Verwendung eines 2-Komponenten Mischers.....	10
Abbildung 2: Spektralphotometer spectro-color LMV 170 der Firma Hach Lange (links), CIELab Farbraum (rechts) (vgl. [2])	12
Abbildung 3: Zetapotential und Partikelgröße in Abhängigkeit vom pH-Wert des reinen Bindemittels.....	14
Abbildung 4: Getestete Mikromischer, im Uhrzeigersinn von links oben: Swagelok T-Stück, IMM Raupenmischer, LTF Schikanenmischer, mikrogas Interdigitalmischer, Synthesechemie MicroJetReactor	17
Abbildung 5: Interdigitalmischer mit abgelagerten Polymerpartikeln	20
Abbildung 6: Gesamtdruck sowie Differenzdrücke bei Vermischung von Bindemittel und Farbstofflösung in einem Interdigitalmischer bei einem Gesamtvolumenstrom von 1 l/h	20
Abbildung 7: Prozessdrücke bei Vermischung von Bindemittelstrom, Wasser und Farbstoffmischung in einem Schikanenmischer bei einem Gesamtvolumenstrom von 0,9 l/h	22
Abbildung 8: Nach Spülvorgängen zurückbleibende Ablagerungen im Schikanenmischer ...	22
Abbildung 9: Aufbau des IMM Raupenmischers	23
Abbildung 10: Mögliche Mischreihenfolgen beim IMM Raupenmischer	24
Abbildung 11: Nach Spülzyklus sich im Auslass ansammelnde Agglomerate	25
Abbildung 12: Druckverlust über T-Mischer bei unterschiedlichen Reynoldszahlen	26
Abbildung 13: Druckverlust über MicroJetReactor bei einem Produktionsvolumenstrom von 13 l/h.....	29
Abbildung 14: Zur Farbreaktion ins Bad eines Thermostaten eingelegte Verweilzeitstrecke.	31
Abbildung 15: Einfluss von Temperatur und Verweilzeit (VWZ) auf den Abschluss der Farbreaktion, Nummerierung erfolgte mit aufsteigender Verweilzeit im Schlauch.....	32
Abbildung 16: Zur Wärmeintegration eingesetzter Folienwärmeübertrager des Karlsruher Institut für Technologie	33
Abbildung 17: Wirkungsgrad und Wärmedurchgangskoeffizient des eingesetzten Folienwärmeübertragers bei verschiedenen Folien	35
Abbildung 18: Verschnitt bei Umstellung von Farbe A auf Farbe B, t_1 kennzeichnet den Zeitpunkt, an dem auf die Farbformischung B umgeschaltet wird, wohingegen bei t_2 die erste spezifikationsgerechte Farbe B im Produktbehälter ist	36
Abbildung 19: Farbabstand bei Produktwechsel von Farbe A zu Farbe B, der relevante Anlagenteilinhalt beträgt 0,43 l.....	38



Abbildung 20: Farbabstand während des Reinigungszyklus unter Variation des Reinigungsmittels, der relevante Anlagenteilinhalt beträgt 0,43 l	40
Abbildung 21: Bedieneroberfläche zur Produktionsüberwachung	43
Abbildung 22: Aufstellungsplan der Produktionsanlage am Standort Peine	44
Abbildung 23: In Umberto erstelltes Hauptnetz für den Batchprozess	47



Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Projektablauf und Verantwortlichkeiten	8
Tabelle 2: Getestete Mikromischer	17
Tabelle 3: Qualität der Originalfarbe nach Verunreinigung durch eine weitere Farbe (+ hohe, ~ mittlere, - schlechte Qualität).....	36
Tabelle 4: Ergebnisse des vereinfachten Prozessvergleichs für den Basisfall	47



**Endbericht für das DBU-Forschungsprojekt
„Vom Batch zur Kontifertigung: Neue Prozessfenster und Ferti-
gungsstrategien durch Mikroproduktionstechnologie“
(AZ 25833)**

Berichtszeitraum: 01.01.2008 – 31.12.2010

1. Zusammenfassung

In dem durchgeführten Projekt war es das Ziel, ein kontinuierliches Herstellungsverfahren für Schreibfarben zu entwickeln und im Hinblick auf die ökologische Vorteilhaftigkeit zu bewerten. Nach Auswahl eines geeigneten Modellsystems wurde die Rezeptur an eine kontinuierliche Fahrweise angepasst. Darauf aufbauend wurde eine Mikrokontianlage entworfen, beschafft und aufgebaut.

Mikroverfahrenstechnische Komponenten wurden zur Intensivierung des Misch- und Heizschrittes eingesetzt. Beim Mischerscreening zeigte sich, dass Glaskomponenten für die Vermischung der viskosen und partikelhaltigen Edukte aufgrund des entstehenden Druckverlustes eher ungeeignet sind. Zudem konnte bei Komponenten mit einfachen Geometrien eine geringere Ablagerungsneigung von Agglomeraten beobachtet werden. Sie waren außerdem deutlich reinigungsfreundlicher als Komponenten mit komplizierten internen Strukturen zur Verwirbelung der Fluide. Außerdem zeigte sich, dass ein hoher Energieeintrag für eine ausreichende Vermischung und agglomeratfreie Produktion benötigt wird. Das schrittweise Mischen und Erhitzen der Farbe in separaten Komponenten erwies sich als vorteilhaft. Bei allen anderen Einstellungen bildeten sich bei der Vermischung Agglomerate. Ein Mikrowärmeübertrager konnte so zur Wärmeintegration eingesetzt werden.

Auf der Mikrokontianlage sollen mehrere Farben in Kampagnenfahrweise produziert werden. Die Flexibilität und Wirtschaftlichkeit der Kampagnenfertigung wird dabei im Wesentlichen durch eine optimale Kampagnenplanung bestimmt. Wesentliche Parameter sind die Kampagnenlänge und Produktionsreihenfolge. In diesem Projekt wurden daher zunächst alle möglichen Reihenfolgekombinationen im Rahmen von Kontaminationsuntersuchungen bewertet und die optimale Reihenfolge im Hinblick auf eine Produktion ohne Zwischenreinigung identifiziert. Auf Basis von Produktwechseln an der Anlage konnte die Mindestproduktionsmenge zur reinigungsfreien Produktion bei optimaler Produktionsreihenfolge zu 10 l bestimmt werden. Wird der Verschnitt auf die vorhergehende und nachfolgende Farbe mit Hilfe einer in-line Farbwertmessung aufgeteilt, so ist bei einer Produktionsmenge von 50 l sogar bei beliebiger Reihenfolge keine Zwischenreinigung nötig. Lediglich vor einem Abfahrvorgang bei Produktionsende sollte die Anlage gereinigt werden. Aufgrund des geringen Anlagenhold-Up kann die dazu benötigte Reinigungsmittelmenge im Vergleich zum Batch drastisch reduziert werden. Die Ergebnisse flossen in die Aufstellung eines Produktionsplans für ein Jahr ein. Außerdem wurde die Anlage mit Hilfe einer mit der Software LabVIEW erstellten



Ablaufsteuerung automatisiert. Ein automatischer Produktwechsel konnte erfolgreich demonstriert werden.

Nach den Laboruntersuchungen wurde unter Einbindung der IPRO Industrieprojekt GmbH eine Implementierungsstudie durchgeführt. Dazu wurde eine Anlage für den Produktionsmaßstab projektiert. Außerdem wurde ein Mess-, Steuer- und Regelungstechnikkonzept für eine kontinuierliche Produktion entwickelt. Zudem wurden Maßnahmen zur Integration der kontinuierlichen Anlage in eine vom Batchbetrieb geprägte Produktion aufgezeigt.

Zur Quantifizierung des Umwelteinflusses beider Produktionsvarianten wurde eine ökologische Bewertung durchgeführt. Dabei wurden die Programme Sabento und Umberto der ifu Hamburg GmbH zur Modellierung und Analyse der Stoff- und Materialflüsse eingesetzt. Der vereinfachte Prozessvergleich ergab, dass der Mikrokontiprozess ökologisch vorteilhafter als der Batchprozess ist. Haupteinflussfaktor dabei ist die durch Wärmeintegration erzielte Reduktion der benötigten Prozessenergie. Die Umstellung einer batchweisen Mehrproduktfertigung auf eine kontinuierliche Kampagnenfertigung führt damit zu Produkten mit hoher und konstanter Qualität bei gleichzeitig umweltschonenderen Herstellungsverfahren.



2. Anlass und Zielstellung

In der chemischen und pharmazeutischen Industrie werden die meisten Prozesse absatzweise betrieben. Diese Produktionsweise ist besonders vorteilhaft bei kleinen bis mittleren Produktionsmengen mit kurzen Lebenszyklen. Häufig besteht das Verfahren nur aus wenigen Produktionsschritten wie Mischen, Heizen, Reaktion, Abkühlen, Nachbehandlung. Diese werden in mehreren, ggf. sogar in einem einzigen Rührkessel durchgeführt. Meist dienen sie als Mehrproduktanlagen. In ihnen sind ebenfalls Edukte mit schwierigen Eigenschaften wie einem hohen Feststoffgehalt, oder der Neigung zum Schäumen und Fouling problemlos handhabbar. Die Feststoffe können mit Hilfe der anderen Edukte vorgelöst, Foulingschichten nach der Produktion abgespült, notfalls manuell entfernt werden. Übliche Ansatzgrößen liegen zwischen 10 L und 1 m³. Zudem lassen sich zur Rückverfolgbarkeit die Chargen den einzelnen Batchansätzen zuordnen.

Jedoch ist diese Verfahrensweise mit einem hohen Energieaufwand zur Erwärmung des Kesselinhaltes verbunden. Eine Wärmeintegration ist nur über einen Wärmespeicher möglich, was zumeist unwirtschaftlich ist. Lange Prozesszeiten resultieren aus den Prozessschritten Mischen, Erwärmen und Reaktion bei erhöhter Temperatur. Bei der Batchbetriebsweise können diese nicht verkürzt werden. Eine höhere Heiztemperatur würde bei den benötigten Verweilzeiten zu einer Produktschädigung führen. Aufgrund der manuellen Betriebsweise treten Qualitätsschwankungen von Batch zu Batch auf. Im schlimmsten Fall finden Nebenproduktbildungen statt, so dass der Ansatz verworfen werden muss. Nach jedem Batch werden die Kessel gereinigt, wozu sie zunächst mit einer Bürste manuell gesäubert und mit Reinigungsmitteln mehrfach geflutet werden. Dabei fällt üblicherweise das Ein- bis Zweifache des Kesselvolumens an Spül- und Reinigungsabwässern an, d.h. 1–2 m³ Abwasser pro t Produkt.

Die genannten Nachteile können durch die Umstellung auf eine kontinuierliche Produktion unter Nutzung von mikroverfahrenstechnischen Komponenten getilgt werden. Insbesondere eine Reduzierung der Reinigungsmittelmengen ist aufgrund des geringen internen Anlagevolumens zu erwarten. Bei der Machbarkeitsuntersuchung dieser Produktionsumstellung soll der Fokus auf Verfahren gelegt werden, bei denen bislang vermeintliche oder tatsächliche Technologiehürden für den Einsatz der Mikroverfahrenstechnik vorliegen. Dazu gehören Prozesse mit Feststoffen und viskosen Medien sowie solche, bei denen eine Vielzahl von ähnlichen Produkten in geringen bis mittleren Produktionsmengen auf derselben Anlage hergestellt wird. Aufbauend auf eigenen viel versprechenden Vorarbeiten wird dafür die Produktgruppe der Schreibfarben ausgewählt. Erste Vorversuche zur Farbenherstellung sowie eine technische Plausibilitätsstudie haben gezeigt, dass eine kontinuierliche Mikroproduktion sowie Produktionskontrolle möglich sind. Während des Projektes dient die Produktgruppe der Schreibfarben dabei sowohl als Beispielfahren mit den zuvor beschriebenen Charakteristika als auch als konkretes Produktionsverfahren. Im Erfolgsfall soll eine Umstellung auf kontinuierliche Betriebsweise beim Industriepartner Pelikan erfolgen. Ziel des Forschungs-



vorhabens ist die Entwicklung und Bereitstellung eines kontinuierlichen, umweltfreundlichen Produktionsverfahrens mit Kampagnenfahrweise.



3. Darstellung der Arbeitspakete

Das Projekt gliedert sich in zwei Hauptbereiche. Im ersten besteht die Hauptaufgabe zunächst darin, ein kontinuierliches Verfahren zur Herstellung von Schreibfarben unter Nutzung von mikroverfahrenstechnischen Komponenten zu entwickeln. Zudem sollen alle entscheidungsrelevanten Informationen für eine unternehmerische Entscheidung zur Einführung eines solchen kontinuierlichen Verfahrens am Standort Peine der Pelikan GmbH zusammengestellt werden. Im zweiten Teil soll untersucht werden, inwieweit sich die Projektergebnisse auf andere Produkte und Stoffsysteme übertragen lassen.

Der gesamte Projektablaufplan sowie die Zuständigkeiten für die einzelnen Arbeitsgebiete sind in Tab. 1 dargestellt. Im Folgenden werden die einzelnen Arbeitspakete kurz beschrieben. Die Ergebnisse, die im Rahmen der einzelnen Arbeitspakete erzielt wurden, sind im Kapitel 4 dargestellt.

3.1. Arbeitspakete zur Farbenherstellung

Zuerst soll eine geeignete Laboranlage zur kontinuierlichen Produktion aufgebaut werden. Während bei der diskontinuierlichen Herstellung alle Produktionsschritte zeitlich nacheinander in zwei Kesseln durchgeführt werden, finden diese bei der Mikro-Konti Produktion in kontinuierlich durchflossenen Apparaten statt. Es ist darauf zu achten, dass die Anlage möglichst modular aufgebaut ist, so dass verschiedene mikrostrukturierte Komponenten in unterschiedlichen Reihenfolgen getestet werden können.

Danach sollen die stofflich und kapazitätsmäßig geeigneten Produkte identifiziert werden. Für die ausgewählten Produkte sowie ggf. Produktgruppen soll im Anschluss eine Rezepturadaption durchgeführt werden. Dabei müssen die bislang in einer bestimmten Reihenfolge dem Kessel zugegebenen Edukte auf einzelne, pumpbare Eduktströme aufgeteilt werden. Die Löslichkeiten der Farbstoffe und Pigmente sind zu beachten. Es ist außerdem zu klären, in wieweit die viskosen Edukte für eine effektive Vermischung verdünnt werden müssen.

Zur Einleitung der Farbreaktion muss die Gesamtmischung auf Reaktionstemperatur erwärmt werden. Es ist in den nächsten Arbeitspaketen zu untersuchen, ob die beiden Prozesse Mischen und Erwärmung gemeinsam in einem Bauteil oder nacheinander erfolgen soll. Dabei sollen die folgenden drei Ausführungsweisen miteinander verglichen werden:

- 1) Vorheizen eines oder mehrerer Eduktströme, so dass in der Mischung die gewünschte Temperatur eingestellt wird,
- 2) Beheizung des Mischelementes selbst, oder
- 3) Mischung aller Edukte und anschließende Aufheizung der Mischung.

Alle drei Gestaltungsarten sollen im Hinblick auf die möglichen Mengenstromverhältnisse, der Belagbildungs- und Verblockungsneigung sowie des Reaktionsverhaltens und damit der Produktqualität hin untersucht werden.



Zusätzlich ist für jede Fahrweise ein Spül- und Reinigungszyklus zu entwerfen. Da der hohe Anfall von Spül- und Reinigungsabwässern ein gravierender Nachteil bei dem traditionellen Verfahren sind, stellt die Untersuchung und Optimierung des Spül- und Reinigungszyklus einen zentralen Erfolgsfaktor für das kontinuierliche Produktionsverfahren dar. Ggf. sollen aus den Untersuchungen Hinweise für besonders reinigungsfreundliche Bauweisen abgeleitet werden. Der Reinigungserfolg soll optisch kontrolliert werden.

Auf der Mikro-Konti Anlage sollen mehrere ähnliche Produkte nacheinander hergestellt werden. Dazu ist eine sogenannte Kampagnenfahrweise zu etablieren. Entscheidend für die Wirtschaftlichkeit und Flexibilität des neuen Verfahrens sind die optimale Kampagnenlänge sowie Produktabfolge. Diese beiden Parameter sollen auf Basis von Kontaminationsuntersuchungen, des zuvor bestimmten erforderlichen Reinigungsaufwands bei Produktumstellung, der möglichen Produktkapazität sowie der wirtschaftlichen Bewertung unter Einbezug von Investitionen und Betriebskosten bestimmt werden. Am Beispiel eines typischen Produktions- und Absatzjahres soll daraufhin ein Produktionsschema für ein Jahr erstellt werden. Zudem soll die Technikumsanlage automatisiert werden, um einen automatischen Produktwechsel demonstrieren zu können.

Ist die technische Machbarkeit einer kontinuierlichen Farbenherstellung gezeigt worden (Meilenstein 1), soll eine Implementierungsstudie am Standort der Pelikan GmbH in Peine durchgeführt werden. Für ein umsetzungsreifes Verfahren sollen Konzepte zur Einbindung in die technische und organisatorische Infrastruktur vor Ort sowie ein konkretes Anlagenkonzept für den Produktionsmaßstab entwickelt werden. Zudem müssen die sicherheitstechnischen Einrichtungen auf ihre Eignung für eine kontinuierliche, mehrtätige Produktion überprüft sowie geeignete Mess-, Steuer- und Regelungstechnik ausgewählt werden. Die Implementierungsstudie soll unter Einbindung des Ingenieurbüros IPRO Industrieprojekt GmbH, Braunschweig, erstellt werden.

Als Meilenstein 2 wird das Vorliegen aller entscheidungsrelevanten Informationen für eine unternehmerische Entscheidung definiert.

3.2. Arbeitspakete zur Erweiterung für andere Produktgruppen

Die kontinuierliche Herstellungsweise unter Verwendung von mikroverfahrenstechnischen Komponenten wird in der ersten Projekthälfte am Beispiel von Schreibfarben entwickelt. Auf Basis von weiteren Untersuchungen, die über die für Schreibfarben sinnvollen Parameterfenster hinausgehen, sollen die Projektergebnisse auch für andere Produktgruppen verwertet werden.

Dazu sollen in einem Arbeitspaket die Parameter Viskosität, Feststoffgehalt und Mengenverhältnisse der Eduktströme in einem technisch sinnvollen Bereich variiert werden. Dies soll durch Variation der entsprechenden Eduktmengen auf Basis des ursprünglichen Stoffsystems aus wässriger Farbstofflösung, Glycerin und Bindemittel geschehen. So kann die auftretende Farbreaktion weiterhin als Indikator für die Mischgüte genutzt werden. Zusätzlich können inerte Glaskugeln zugegeben werden, um den Einfluss des Feststoffgehaltes sowie



der Partikelgröße auf die Vermischung zu untersuchen. Auch für diese Fahrweisen soll der Produktions- und Reinigungsbetrieb untersucht werden.

Außerdem soll für Produkte, die eine Kreuzvermischung tolerieren, ein Produktwechsel ohne Zwischenreinigung durchgeführt werden. Auf Basis unterschiedlicher Reihenfolgekonstellationen soll die jeweilige Verschnittmenge gemessen und ihr Einfluss auf den Farbwert des Endproduktes bestimmt werden. Ggf. kann eine Produktionsreihenfolge gefunden werden, bei der eine Zwischenreinigung nicht notwendig ist.

Die Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen sollen mit denen von numerischen Strömungssimulationen verglichen werden. Dabei sollen wiederum der Einfluss von Viskositätsänderungen, Feststoffgehalt und Mengenverhältnisse auf Strömung und Vermischung in den eingesetzten Mikrokomponenten untersucht werden.

Die Erfahrungen bei den genannten Arbeiten sollen in die Formulierung einer optimalen Vorgehensweise zur Übertragung einer Makrobatchfertigung in eine kontinuierliche Produktion einfließen. Dabei sollen ebenfalls Grenzkriterien für stoffliche und prozessliche Parameter definiert werden. Zudem kann dies Auswahl- und Designkriterien für die benötigten Komponenten umfassen.

In einem weiteren Arbeitspaket soll ein Werkzeug zur Planung einer Mehrproduktfertigung entwickelt werden. Dies kann z.B. mit Hilfe von MS Excel programmiert werden und soll u.a. die Kampagnenlänge sowie die Produktionsmenge pro Kampagne berücksichtigen. Für einen prognostizierten Jahresabsatz kann so ein Produktionsplan erstellt werden.

Des Weiteren soll das traditionelle Herstellungsverfahren mit dem neu entwickelten Verfahren im Hinblick auf die Umweltbelastung verglichen werden. Dies kann auf Basis von Materialflussanalysen mit Hilfe eines vereinfachten Prozessvergleichs geschehen.



Tabelle 1: Projektablauf und Verantwortlichkeiten

Arbeitspakete		1. Jahr				2. Jahr				3. Jahr			
		Q1	Q2	Q3	Q4	Q1	Q2	Q3	Q4	Q1	Q2	Q3	Q4
AP I.1	Beschaffung, Aufbau und Inbetriebnahme der Laborversuchsanlage	ICTV											
AP I.2	Auswahl der stofflich und kapazitätsmäßig geeigneten Produkte für eine Mikrokontproduktion, Rezepturadaption und Charakterisierung der Eduktbrüme einer Kontproduktion	Pelik + ICTV											
AP I.3	Fahrweise mit gemeinsamer Aufheizung der Mischung gemäß a) in Kap. 4.1.1. Einsatz der verschiedenen Mischer. Ermittlung optimaler Verfahrensparameter für eine kontinuierliche Farbenproduktion.		ICTV										
AP I.4	Reinigungsuntersuchungen für Fahrweise mit gemeinsamer Aufheizung nach Mischung			ICTV									
AP I.5	Fahrweise mit Eduktvorheizung gemäß b) in Kap. 4.1.1. Einsatz der verschiedenen Mischer, Ermittlung optimaler Verfahrensparameter für eine kontinuierliche Farbenproduktion.			ICTV									
AP I.6	Reinigungsuntersuchungen für Fahrweise mit Eduktvorheizung				ICTV								
AP I.7	Fahrweise mit integrierter Mischung und Erwärmung. Ermittlung optimaler Verfahrensparameter für eine kontinuierliche Farbenproduktion.					ICTV							
AP I.8	Reinigungsuntersuchungen für Fahrweise mit integrierter Mischung und Erwärmung						ICTV						
AP I.9	Demonstration eines automatischen Produktwechsel: Fertigung Produkt 1 – Reinigung – Fertigung Produkt 2							ICTV					
M 1	Meilenstein 1: Die technische Machbarkeit einer kontinuierlichen Farbenherstellung durch Mikroproduktionstechnologie ist gezeigt							Pelik + ICTV					
AP I.10	Ermittlung der optimalen Kampagnenlänge für jedes Produkt auf Basis optimaler Produktions- und Reinigungsfahrweisen. Erstellung eines Tools zur Optimierung der Kampagnenlänge							Pelik + ICTV					
AP I.11	Erstellung eines Produktionsschemas am Beispiel eines typischen Produktions- und Absatzjahres								Pelik + ICTV				
AP I.12	Implementierungsstudie für eine kontinuierliche Farbenproduktion am Standort Peine der Pelikan GmbH									Pelik + ICTV			
M 2	Meilenstein 2: Alle entscheidungsrelevanten Informationen für die unternehmerische Entscheidung zur Einführung einer kontinuierlichen Farbenproduktion liegen vor										Pelik + ICTV		
AP II.1	Variation der Parameter Viskosität, Feststoffgehalt und Mengenverhältnisse der Eduktbrüme in einem technisch sinnvollen Bereich, inkl. Reinigungsversuche								ICTV				
AP II.2	Variation von Feststoffgehalt und Partikelgröße (bis ca. 20 µm) durch Zugabe inerter Glaskugeln, inkl. Reinigungsversuche									ICTV			
AP II.3	Automatischer Produktwechsel ohne Zwischenreinigung. Quantifizierung des „Verschnitts“ für unterschiedliche Parameterkonstellationen										ICTV		
AP II.4	Abteilung von Grenzkriterien für stoffliche und prozessliche Parameter zum Einsatz einer Mikrokontproduktion. Dokumentation einer Vorgehensweise zur Übertragung von Batchfertigung in einer kontinuierlichen Produktion											ICTV	
AP II.5	Numerische Strömungssimulation von Strömung und Mischung unterschiedlich viskoser und partikel-beladener Ströme in Mikrokanälen, Parametervariation												ICTV
AP II.6	Erstellung eines, z. B. MS Excel-basierten Werkzeugs zur Planung der Kampagnenlänge bei einer Mehrproduktfertigung						ICTV						
AP II.7	Dokumentation einer Bilanzierung zur Quantifizierung der Umweltbelastung beim Wechsel von Batch zur Kontfertigung							ICTV					ICTV
AP II.8	Berichterstattung, Vorträge, Veröffentlichungen				Pelik + ICTV							Pelik + ICTV	Pelik + ICTV



4. Ergebnisse

4.1. Modellsystem für die Mikrokontiproduktion

Zunächst musste ein Modellsystem für die Mikrokontiproduktion definiert werden. Eine Produktgruppe mit fünf unterschiedlichen Schreibfarben wurde aus den folgenden Gründen ausgewählt und im Rahmen des Projektes exemplarisch untersucht:

- Die Produktionsmengen der einzelnen Farben liegen zwischen 5 und 100 t/a. Diese Größenordnung ist ideal für eine kontinuierliche Produktion unter Verwendung von mikroverfahrenstechnischen Komponenten.
- Die ausgewählten Farben bestehen jeweils aus 10-15 Edukten. Sie unterscheiden sich im Wesentlichen durch die Mengen der zugegebenen Pigmente und Farbstoffe. Vier Farben werden einzeln hergestellt, während die fünfte Farbe durch Vermischung von zwei der vier anderen Farben gewonnen wird. Die Herstellungsprozesse der einzelnen hergestellten Farben ähneln sich sehr stark, so dass ihre Produktion auf einer einzigen Anlage voraussichtlich lediglich den Austausch der Eduktvorlagen, die Einstellung einer anderen Reaktionstemperatur sowie das Laden der zugehörigen Fertigungsvorschrift des Automatisierungsprogramms bedingt. Dies würde eine kontinuierliche Kampagnenfertigung mit kurzen Umrüstzeiten ermöglichen.
- Die zur Herstellung verwendeten Edukte weisen günstige Stoffeigenschaften in Bezug auf eine Umstellung auf. So können Prämixe mit den pulverförmig vorliegenden Pigmenten und Farbstoffen erstellt werden. Erweisen sich die Viskositäten einzelner Edukte als zu hoch, können diese verdünnt, die entsprechenden Vorlagegefäße geheizt bzw. der Zulaufstrom mittels eines Wärmeübertragers erhitzt werden. Darüber hinaus besitzen die Stoffe kein oder nur ein sehr geringes Gefährdungspotential, so dass zur Untersuchung im Labormaßstab keine zusätzlichen Sicherheitsvorkehrungen im Hinblick auf Laborausstattung und Apparatewahl getroffen werden müssen.
- Der Prozess zur Herstellung dieser Farben wird aufgrund der Edukteigenschaften sowie der benötigten Prozessschritte wie Heizen, Konserviererzugabe und Nachbehandlung im Vergleich zum Herstellungsprozess anderer Schreibfarben als besonders aufwendig bewertet. Daraus folgen die höchsten Anforderungen an eine Anlage zur Mikrokontiproduktion. Gelingt die Umstellung bei der ausgewählten Produktgruppe, so ist ebenfalls die kontinuierliche Fertigung der restlichen zum Produktspektrum Schreibfarben gehörenden Tinten mit mikroverfahrenstechnischen Komponenten möglich.
- Die Qualität der hergestellten Farben lässt sich anhand des gebildeten Farbkomplexes optisch beurteilen. Bei der kontinuierlichen Produktion könnte dieses Merkmal zur in-line Kontrolle dienen.

4.2. Beschaffung, Aufbau und Inbetriebnahme der Versuchsanlage

Für die Versuche wurde eine Technikumsanlage aufgebaut, deren Kapazität bei max. 13 l/h liegt. Das Fließbild unter Einsatz eines 2-Komponentenmischers ist in Abbildung 1 dargestellt.

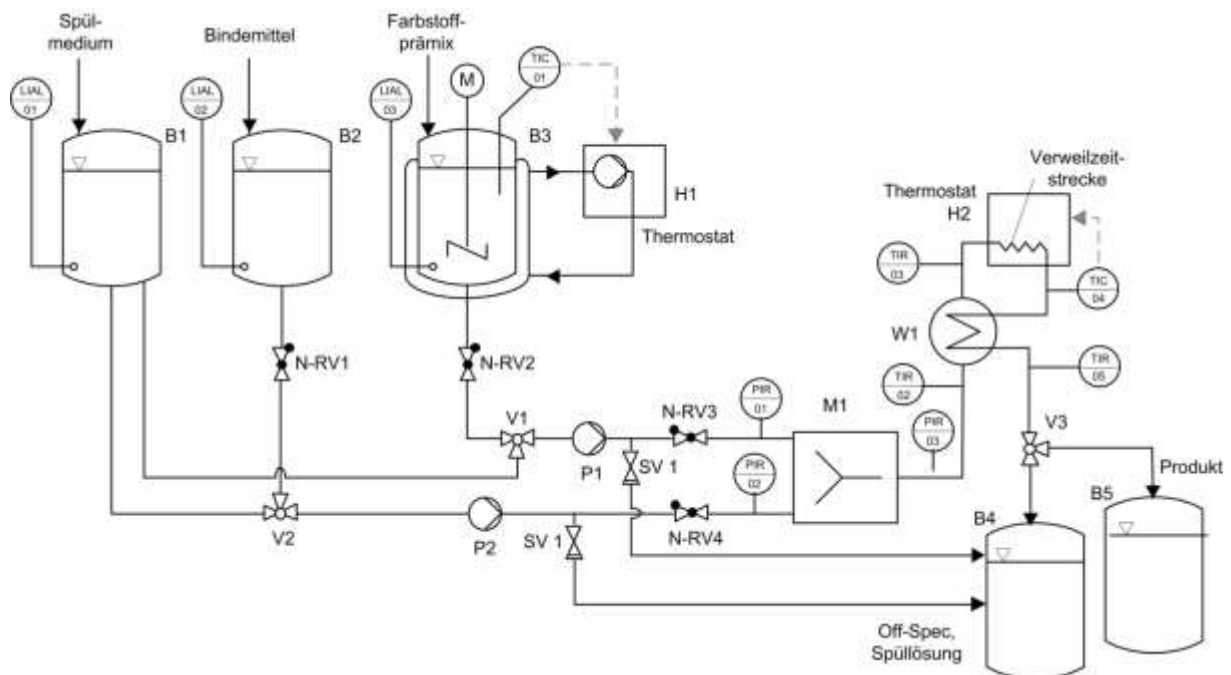


Abbildung 1: Fließbild der Versuchsanlage zur kontinuierlichen Schreibfarbenproduktion unter Verwendung eines 2-Komponenten Mischers

Die Anlage ist mit einer temperierbaren Vorlage für den Farbstoffprämix B3 sowie weiteren Vorlagen für das Bindemittel B2 und Spülmedium B1 ausgestattet. Zusätzlich kann ein weiterer Farbvorlagebehälter parallel zum Behälter B3 für Produktwechselfersuche angeschlossen werden. Die Edukte werden mit Hilfe der Exzentrerschneckenpumpen P1 und P2 zunächst in den Mikromischer befördert, wo sie vermisch werden. Rückschlagventile sorgen dafür, dass bei einem Druckanstieg aufgrund einer Verblockung des Mischers durch Agglomerate keine Edukte in die Zuführungsleitung zurück gedrückt werden können. Bei einem zu hohen Druckaufbau im Mischer führen Sicherheitsventile die Edukte in den Abfallbehälter B4 ab. Für die Vermischung stehen mehrere Mikromischer zur Verfügung, siehe Kapitel 4.4, die durch Eintauchen in einen Thermostaten erhitzt bzw. gekühlt werden können. Die Mischung wird in einem Mikrowärmeübertrager W1 im Gegenstrom zur heißen Tinte erwärmt und fließt danach durch eine Verweilzeitstrecke, in der der Farbkomplex gebildet wird. Die Verweilzeitstrecke ist als Schlauch ausgeführt, der in das Bad eines Thermostaten eingetaucht ist. Die



reagierte Farbe wird im Mikrowärmeübertrager abgekühlt und im Produktbehälter B5 zwischengelagert, bevor sie in die Stiftkartuschen eingefüllt wird.

Zur Produktionsüberwachung sind Drucksensoren an allen Ein- und Auslässen des Mischers angebracht. Zudem steht ein Drucksensor zur Verfügung, der nach dem ersten Durchlauf des Mikrowärmeübertragers eingesetzt werden kann. An den Ein- und Auslässen des Mikrowärmeübertragers sind zudem drei Thermoelemente Typ K angebracht, mit deren Hilfe die Ein- und Auslasstemperatur der Schreibfarbe bestimmt wird. Der Einlass zum zweiten Durchgang ist mit einem pt100-Widerstandsthermometer ausgestattet. Die gemessene Temperatur dient als Regelgröße für den Thermostaten, in dem die Verweilzeitstrecke eingebracht ist.

Der Hold-Up der Gesamtanlage beträgt 0,93 l. Für die Reinigungsversuche ist das während der Reinigung ausgetauschte Volumen von 0,6 l relevant. Bei den Versuchen zum Produktwechsel hingegen wird nur die Zuführungsleitung des Farbstoffprämixes betrachtet, da das Bindemittel bei allen Produkten zum Einsatz kommt. In diesem Fall wird ein ausgetauschtes Volumen von 0,43 l betrachtet.

4.3. Qualitätsbeurteilung der Schreibfarben

Als Maß für die Qualität von Schreibfarben gilt sowohl der Farbwert als auch die Fließfähigkeit, die u.a. eine Funktion der Größe der enthaltenen Partikeln ist. Weiterhin werden zur Produktionskontrolle im Batchbetrieb die Dichte, Oberflächenspannung sowie der pH-Wert bestimmt. Vorversuche haben allerdings gezeigt, dass der Farbwert und die Partikelgröße die entscheidenden Parameter bei der kontinuierlichen Produktion darstellen und zur Beurteilung der Ausbildung des Farbkomplexes bzw. der Vermischung herangezogen werden können.

Die Farbwertmessungen wurden mit dem in Abbildung 2 gezeigten Spektralphotometer spectro-color LMV 170 der Firma Hach Lange durchgeführt. Das Farbmesssystem CIE wurde für die Spezifikation von Standards eingesetzt. Es wurde 1931 von der Commission Internationale de l'Éclairage (CIE) veröffentlicht und ist das heutzutage am meisten verwendete Farbmesssystem [3].

Wie in Abbildung 2 dargestellt, wird der Farbeindruck bei dem Farbsystem CIE Lab aus den drei Parametern L, a und b zusammengesetzt. Dabei kennzeichnet L den Helligkeitswert, a den Rot-Grün Anteil und b den Gelb-Blau Anteil einer Farbprobe. Zum Vergleich zweier Farben im CIE Lab-Farbraum wird der Farbabstand ΔE verwendet. Dieser ist definiert als

(1)

Für spezifikationsgerechte Farbe, die Definition der Mindestproduktionsmenge bei Produktwechsel ohne Zwischenreinigung sowie die Definition der Mindestreinigungsmenge müssen die Werte ΔE , ΔL , Δa und Δb in einem bestimmten, festgelegten Bereich liegen.



Anhand von batchweise hergestellter Farbe wurde zunächst die Genauigkeit und Wiederholbarkeit der Farbwertmessungen untersucht. Bei regelmäßiger Kalibrierung mit den Kalibrierungsstandards sowie mit Standardfarben können die Farbwertmessungen als gut reproduzierbar eingestuft werden. Eine Probe wurde daraufhin stets dreimal vermessen, um den Mittelwert der L-, a- und b-Werte zu bestimmen.

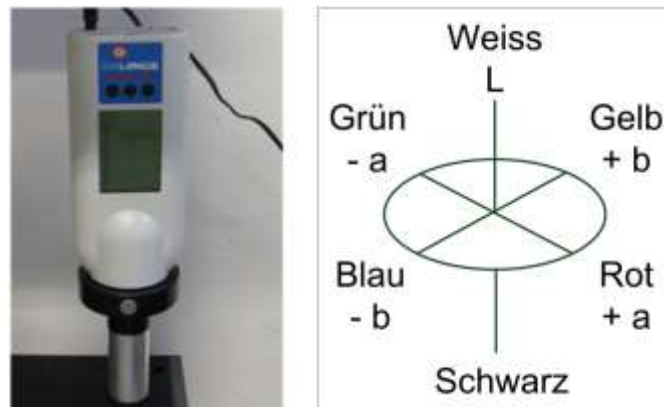


Abbildung 2: Spektralphotometer spectro-color LMV 170 der Firma Hach Lange (links), CIELab Farbraum (rechts) (vgl. [2])

Zur Definition von spezifikationsgerechten Farben wurden Aufstriche von batchweise hergestellten Proben optisch beurteilt und in spezifikationsgerechte und nicht-spezifikationsgerechte Proben unterteilt. Die Proben wurden mit dem Spektralphotometer vermessen, um Sollwerte und Toleranzbereiche zu definieren, die schließlich der Beurteilung von kontinuierlich hergestellten Farben dienen. Zur Beurteilung von Versuchseinstellungen wurden jeweils Proben der hergestellten Tinte genommen und off-line vermessen. Farbwertmessungen wurden außerdem zur Auswertung von Produktwechsel- und Reinigungsversuchen eingesetzt.

Zudem wurde die Partikelgröße der Farbproben bei 25 °C mit einem Zetasizer Nano ZS der Firma Malvern Instruments gemessen. Das Gerät arbeitet auf Basis der Photonenkorrelationsspektroskopie. Die Proben mussten aufgrund des hohen Feststoffgehalts in der Farbe vor der Messung mit VE-Wasser verdünnt werden. Der mittlere Z-average Durchmesser sowie der Polydispersitätsindex wurden auf Basis von je sieben Messdurchläufen je Probe berechnet. Mit dem Gerät kann außerdem das Zetapotential, ein Maß für die Stabilität einer Suspension, bestimmt werden.

4.4. Rezepturadaption

Die Umstellung auf eine kontinuierliche Produktion erfordert Anpassungen an den Rezepturen der zu produzierenden Farben. Diese Adaption zielt auf vier Aspekte ab. Erstens sind die Edukte dahingehend vorzubereiten, dass sie dem Prozess kontinuierlich zugeführt werden können. In Mikrokomponenten ist es bislang nicht möglich, pulverförmige Edukte kontinuierlich hinzuzugeben. Daher müssen Vorlösungen erstellt werden. Zweitens müssen die Vorlagen eine Mindesthaltbarkeit aufweisen, in der ihre Qualität unverändert bleibt. Die anvisierte



wöchentliche Produktionszeit beläuft sich auf 100 Stunden, d.h. die Vorlagen sollten möglichst lange, zumindest jedoch über einen Zeitraum von 24 Stunden stabil sein. So können die Vormischungen innerhalb der normalen Betriebszeiten erstellt werden. Drittens wurde untersucht, inwieweit bei der Rezepturadaption auch eine Viskositätseinstellung notwendig ist. Zudem wurde geprüft, ob beim kontinuierlichen Verfahren theoretisch auf die bislang zur Erhöhung der Stabilität zugesetzten Additive verzichtet werden kann.

Die Farben der ausgewählten Produktgruppe enthalten 10-15 unterschiedliche Edukte. Dazu gehören Glycerin, Bindemittel, deionisiertes Wasser, Farbstoffe, Pigmente, Hilfsstoffe, Stabilisatoren und Additive. Einige der Farbstoffe und Pigmente liegen pulverförmig vor. Außerdem unterscheiden sich die flüssigen Komponenten deutlich in ihrer Viskosität. Zudem enthält das Bindemittel Partikeln, welche nach dem Auftrag der Farbe auf den Untergrund den eigentlichen Farbfilm bilden.

Zur kontinuierlichen Zuführung müssen insbesondere die Farbstoffe und Pigmente in den flüssigen Rezepturkomponenten vorgelöst werden. Ein limitierender Faktor ist die Löslichkeit der Farbstoffe und Pigmente. Als Lösungsmittel kommen insbesondere Wasser und Glycerin aufgrund des hohen Mengenanteils an der Rezeptur in Betracht. Die Farbstoffe können theoretisch sowohl in den reinen Medien als auch in Mischungen aus Beiden gelöst werden. Zur Untersuchung der Löslichkeit der Farbstoffe sowie der Vorlagenqualität bei längerer Lagerzeit wurden daher unterschiedliche Mischungen aus Wasser, Glycerin, Farbstoffen und Pigmenten hergestellt und die Prämixe bis zu einer Woche gelagert.

Es zeigte sich zunächst, dass selbst bei einer Vorlösung in der gesamten Menge Wasser und Glycerin keine stabile Vorlage erzielt werden konnte. Nach wenigen Stunden bildeten sich erneut Farbkristalle. Dies führte zur Einplanung einer temperierten, gerührten Vorlage für die Farbformischung.

Die Versuche wurden mit einer weiteren Farbstoffcharge wiederholt. Nun waren unterschiedliche Kombinationen möglich, die alle zu einer Haltbarkeit der Vorlösung von mindestens sieben Tagen führten. Es zeigte sich im Verlauf des Projektes, dass eine Mischung aus der gesamten Menge Wasser, Glycerin sowie den Farbstoffen und Pigmenten sogar über mehrere Monate ohne Qualitätseinbußen in verschlossenen Behältern gelagert werden konnte. Höhere Anforderungen an die Reinheit und Homogenität der Edukte sowie an die Wareneingangskontrollen ergeben sich somit im Vergleich zur Batchfahrweise.

Die vielen möglichen Kombinationen erlaubten ein flexibles Zuführungskonzept mit zwei, drei oder vier Eduktströmen. Ein mögliches Beispiel für jedes Zuführungskonzept ist im Folgenden aufgeführt:

- Zwei Eduktströme: Bindemittelvormischung, Farbformischung
- Drei Eduktströme: Bindemittelvormischung, Farbformischung mit Teil des Glycerins, restliches Glycerin



- Vier Eduktströme: Bindemittelvormischung, Farbformischung mit Glycerin, zwei Wasserströme

Alle möglichen Eduktströme wurden im Hinblick auf die sich einstellenden Dichten und Viskositäten bei den während des Prozesses auftretenden Temperaturen charakterisiert. Ob diese Stoffeigenschaften eine ausreichende Vermischung zulassen oder ob die Anzahl der möglichen Zuführungskonzepte durch eine maximal erlaubte Viskosität beschränkt wird, wird in Kapitel 4.4 im Rahmen des Mischerscreenings untersucht.

Beim Batchverfahren wurden bislang mehrere Additive und Stabilisatoren zugesetzt, um die Stabilität des Bindemittels zu erhöhen. So kann die Entstehung von Agglomeraten bei der Vermischung der unterschiedlich geladenen Flüssigkeiten, Bindemittel und Farbformischung, vermieden werden. In Mikromischern besteht jedoch die Chance, dass bei genügend hoher eingetragener Mischenergie auf diese Additive und Stabilisatoren verzichtet werden kann. Daher wurde die Stabilität des reinen Bindemittels als Funktion des Zetapotentials sowie der intensitätsgewichteten Partikelgröße Z-Average in Abhängigkeit vom pH-Wert bestimmt. Je größer der Betrag des Zetapotentials, desto geringer ist die Agglomerationsneigung des Bindemittels. Außerdem muss die Partikelgröße unterhalb eines bestimmten Grenzwertes liegen. Die Ergebnisse der Messungen sind in Abbildung 3 aufgetragen.

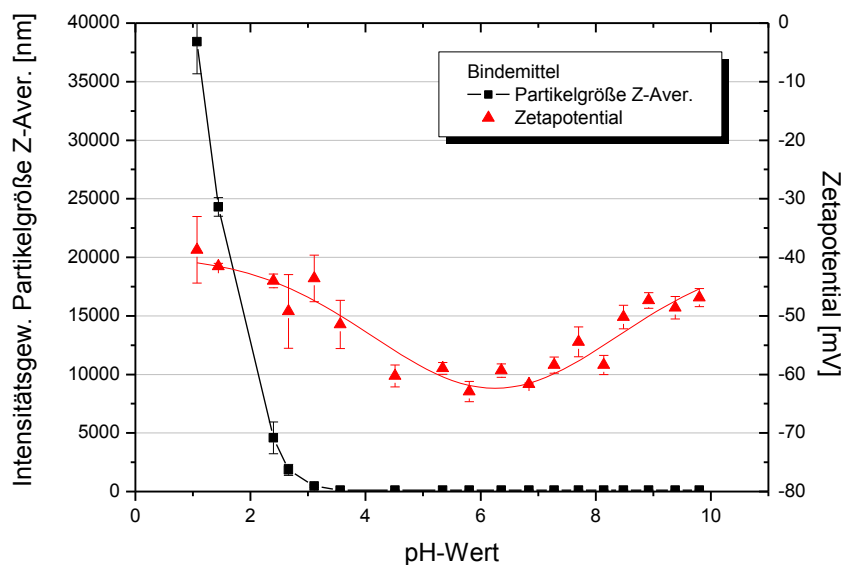


Abbildung 3: Zetapotential und Partikelgröße in Abhängigkeit vom pH-Wert des reinen Bindemittels

Es ist zu erkennen, dass es bei einem pH-Wert von 3,5 oder niedrigeren Werten zur Agglomeration des Bindemittels kommt. Die Partikelgrößen steigen bis zu einem Wert von 40 μm bei einem pH-Wert von 1,5 an. Das Zetapotential hingegen gibt keinen Hinweis auf die Agglomerationsneigung bei unterschiedlichen pH-Werten. Laut Kittel [1] kann dies darauf zurückzuführen sein, dass Bindemittel, die sowohl elektrostatisch als auch sterisch stabilisiert sind, nur unzureichend mit der dem Zetapotential zugrunde liegenden DLVO-Theorie be-



schrieben werden können. Die unterschiedlichen Farbformulierungen weisen einen pH-Wert von 4-5 auf. In diesem Bereich ist das Bindemittel stabil. Auf Basis der Partikelgrößenmessungen kann daher auf die Zumischung von Additiven und Stabilisatoren zum Bindemittel verzichtet werden. Voraussetzung dafür ist allerdings, dass ein Mikromischer gefunden wird, der für eine ausreichende Mischenergie am Mischungspunkt sorgt.



4.5. Mischerscreening und Untersuchung unterschiedlicher Fahrweisen

Auswahl der Mischkomponenten

Aufbauend auf Vorarbeiten zu diesem Projekt wurde beschlossen, statische Mikromischer für die Vermischung der Edukte zu verwenden. Im Gegensatz zu Mikromischern mit einem aktiven Mischelement erfolgt in diesen die Vermischung auf Basis der durch Pumpen eingetragenen Energie.

Eine Vielzahl von Mischergeometrien mit Kanalgrößen von 20 μm bis hin zu wenigen mm ist kommerziell erhältlich. Häufig zeigen die Mikrokomponenten mit kleineren internen Abmessungen aufgrund der geringen Transportwege eine bessere Mischwirkung als solche mit größeren Kanälen. Inwieweit dies auch bei viskosen Edukten zutrifft, sollte anhand des Beispiels Schreibfarben untersucht werden. Dazu werden Mischer mit unterschiedlichen Kanalgrößen sowie Mischprinzipien benötigt.

Es sollten außerdem die in Kapitel 4.4 beschriebenen Zuführungskonzepte im Hinblick auf die erzielte Produktqualität praktisch untersucht werden. Auf Basis der unterschiedlichen Zusammensetzung und Mengen der jeweiligen Eduktströme kann so der Einfluss der Viskosität, der Partikelgröße, des Feststoffgehaltes sowie der Mengenstromverhältnisse auf die Vermischung bestimmt werden. Dazu müssen Mischer mit einer unterschiedlichen Anzahl an Einlässen zur Verfügung stehen.

Folgende Merkmale spielten bei der Auswahl der Mikromischer für das Screening eine wichtige Rolle:

- Anzahl an vermischbaren Komponenten
- Unterschiedliche Mischprinzipien
- Unterschiedliche Kanalgrößen
- Handhabbarkeit
- Mechanische und thermische Stabilität
- Verfügbarkeit
- Preis

Für die Fertigung von Schreibfarben wurden schließlich fünf Mikromischer ausgewählt und auf ihre Eignung hin untersucht. Es handelt sich dabei um ein Swagelok T-Stück, einen Raupenmischer von IMM, einen Schikanenmischer von LTF, einen MicroJetReactor von Synthesechemie sowie zwei Bauformen eines Interdigitalmischers von mikroglass. Letztere unterscheiden sich im Hinblick auf die Mischraumgestaltung. Während der eine Mischraum rechteckig ist, weist der andere eine Fokussierung in Form eines Dreiecks auf. Eine Darstellung der Mischer findet sich in Abbildung 4, ihre Eigenschaften sowie die wesentlichen Abmessungen sind in Tabelle 2 aufgeführt.



Abbildung 4: Getestete Mikromischer, im Uhrzeigersinn von links oben: Swagelok T-Stück, IMM Raupenmischer, LTF Schikanenmischer, mikroglas Interdigitalmischer, Synthesechemie MicroJetReactor

Tabelle 2: Getestete Mikromischer

Mischer	Material	Interne Abmessungen [μm]	Mischprinzip	Andere Eigenschaften
Swagelok T-Stück (SS- 100- 3)	Stahl 1.4401	$d_i = 1270$	Bi-Lamination	Zwei gegenüberliegende Einlassöffnungen, rechteckiger Auslass
IMM Raupenmischer (4CCPMM-R600/ 12.3-ss-wt)	Stahl 1.4435 / COC	$h \times b = 600 \times 600$	Split-and-Recombine	Vier Einlassöffnungen, bis zu 10 bar, 3 Mischbereiche, 12 Mischelemente pro Bereich
Mikroglas Interdigitalmischer	Foturan Glas	$h \times b = 150 \times 50$	Multi-lamination	Zwei Einlassöffnungen, dreieckige oder rechteckige Mischkammer, bis zu 3 bar
LTF Schikanenmischer (XXXL-S-01)	Borosilikatglas	$d_i = 1000-4000$	/	Drei Einlassöffnungen, bis zu 7 bar, 80 Mischelemente im ersten und 33 im zweiten Mischbereich
Synthesechemie Micro-	Stahl	Düsen:	Kollidierende	Zwei gegenüberliegende



Das Prinzip der Multilaminationsmischer beruht auf der Erzeugung von lamellenartigen Schichten mit möglichst geringer Breite, um so den Diffusionsweg zu verringern. Für die Produktion wurden die beiden Interdigitalmischer hintereinander geschaltet, so dass drei Edukteinlässe zur Verfügung standen.

Diese drei Eduktströme können durch die folgenden Kombinationen gebildet werden:

- Bindemittelvormischung, Farbformischung mit Wasser und Teil des Glycerins, restliches Glycerin
- Bindemittelvormischung, Farbformischung mit Glycerin, Gesamtmenge Wasser

Aufgrund des mengenmäßig hohen Wasseranteils an der Rezeptur wurde zunächst mit der zweiten Kombination gearbeitet. Auf deren Basis sind verschiedene Mischreihenfolgen möglich:

- 1) 1. Mischer: Bindemittelvormischung & Farbformischung mit Glycerin; 2. Mischer: Vormischung & Wasser
- 2) 1. Mischer: Bindemittelvormischung & Wasser; 2. Mischer: Vormischung & Farbformischung mit Glycerin
- 3) 1. Mischer: Farbformischung mit Glycerin & Wasser; 2. Mischer: Vormischung & Bindemittelvormischung

Die Reihenfolgen 2 und 3 wurden weiter verfolgt, da in diesem Fall die kritischen Komponenten Bindemittel und Farbformischung erst nach Verdünnung durch Wasser im zweiten Mischer aufeinander treffen. Dies verringert das Risiko, dass sich Agglomerate bilden.

Für den ersten Mischschritt wurden mehrere Versuche zur Vermischung des Bindemittels und Wasser bzw. der Farbformischung und Wasser bei Gesamtvolumenströmen von 0,15-0,5 l/h durchgeführt. Beide Mischertypen verblockten bei diesen Versuchseinstellungen. Der maximal erlaubte Druck wurde bei Förderung der viskosen Farbformischung sowie durch die im Bindemittel enthaltenen Polymerpartikeln bereits kurz nach Versuchsbeginn erreicht. Obwohl die Partikeln im Vergleich zur Kanalgröße sehr klein sind, lagerten sie sich bevorzugt an der Umlenkung in die kleinen Kanäle ab (Abb. 5). Möglicherweise führten auch einzelne größere Polymerpartikeln die Verblockung herbei.

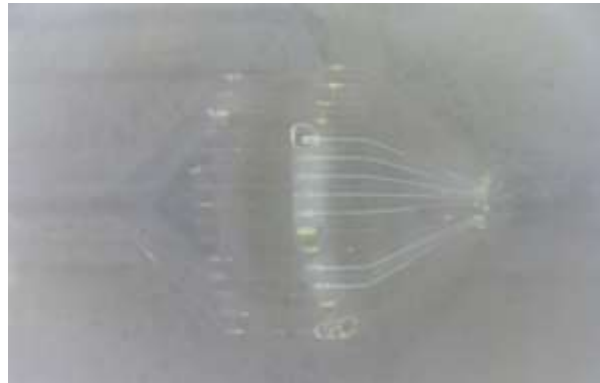


Abbildung 5: Interdigitalmischer mit abgelagerten Polymerpartikeln

Eine Farbenproduktion, d. h. Vermischung aller drei Eduktströme, konnte mit den Interdigitalmischern ebenfalls nicht realisiert werden. In Abbildung 6 ist beispielhaft der Druckverlust im zweiten Mischer bei Mischreihenfolge 3 dargestellt. Die aufgeführten Druckdifferenzen kennzeichnen jeweils den Unterschied zwischen dem gemessenen Druck am Mischerein- und -auslass. Bei einem Gesamtvolumenstrom von 1 l/h wurde bereits nach wenigen Minuten der maximal erlaubte Druck von 3 bar erzielt. Agglomerate wurden bei diesem entscheidenden Mischschritt produziert. Bei beiden Mischkammergeometrien kam es daraufhin zur sofortigen Verstopfung.

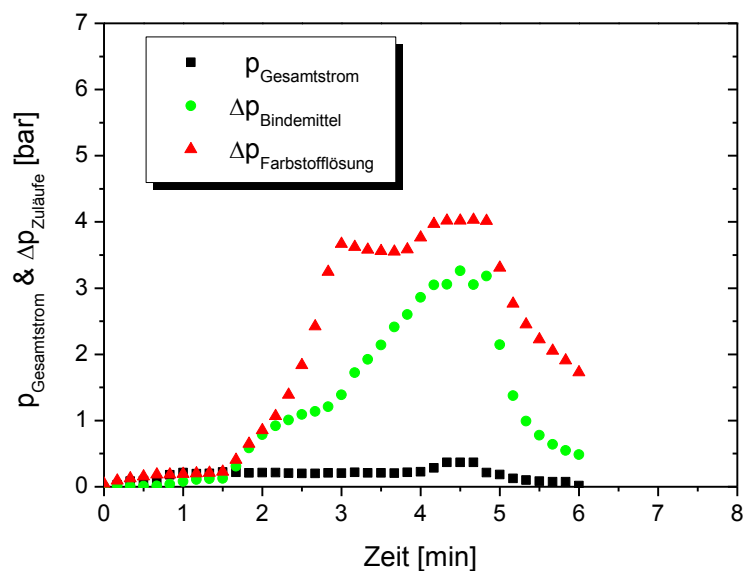


Abbildung 6: Gesamtdruck sowie Differenzdrücke bei Vermischung von Bindemittel und Farbstofflösung in einem Interdigitalmischer bei einem Gesamtvolumenstrom von 1 l/h

Aufgrund der hohen erzielten Differenzdrücke am Mischer wurde weiterhin versucht, die Viskosität durch Erhitzung der Farbformulierung zu verringern. Zudem wurden die Versuche bei geringeren Volumenströmen wiederholt. Eine Verbesserung ließ sich allerdings nicht herbei-



führen. Versuche bei höheren Volumenströmen konnten aufgrund des maximal erlaubten Drucks von 3 bar nicht durchgeführt werden.

Die Mischer mussten schließlich ausgebaut und zur Abreinigung der Agglomerate gespült werden. Die Reinigung der kleinen Strukturen erwies sich als sehr aufwendig. In der Vergangenheit wurde gezeigt, dass Ultraschall die Reinigung von Mikrostrukturen unterstützt [4]. Auch in diesem Fall erwies sich Spülen mit Aceton sowie einer HCl-Stammlösung unter Einwirkung von Ultraschall als erfolgreich.

Das Multilaminationsprinzip ist somit für die Farbenherstellung aufgrund der geringen Abmessungen der Kanäle nicht geeignet. Diese feinen Kanäle werden zwar für die Erzeugung der lamellenförmigen Strömung und damit für die Vermischung benötigt, ziehen aber einen hohen Differenzdruck über dem Mischer nach sich und neigen zur Verblockung durch das partikelhaltige Bindemittel. Es sollten daher Mischer mit größeren Kanälen eingesetzt werden.

Schikanenmischer

Beim Schikanenmischer erfolgt die Vermischung aufgrund von Verwirbelungen in den einzelnen Mischkammern, die durch den tangentialen Einlauf des Fluides hervorgerufen werden. Es stehen ebenfalls drei Edukteinlässe zur Verfügung. Damit sind theoretisch dieselben Eduktzuführungskombinationen und Mischreihenfolgen wie bei den Multilaminationsmischern möglich. Wie im vorherigen Abschnitt erläutert, sollte die kritische Vermischung von Bindemittel und Farbstoffvormischung jedoch erst nach Vermischung mit Wasser durchgeführt werden. Daher wurden die Untersuchungen auf die Mischreihenfolgen 2 und 3 beschränkt.

In allen Fällen wurde spezifikationsgerechte Tinte hergestellt. Allerdings zeigten sich während der Versuche über 8 h sehr schwankende Verläufe des Differenzdrucks über dem Mischer. Beispielhaft ist dies in der Abbildung 7 anhand eines Versuchs bei einem Gesamtvolumenstrom von 0,9 l/h dargestellt. In diesem Fall wird zunächst ein reiner Wasserstrom mit der Farbstofflösung vermischt, die Mischung wiederum mit dem Bindemittelstrom vermengt. Die Schwankungen deuten daraufhin, dass bei dem Versuch aufgrund von unzureichender Vermischung Agglomerate gebildet und wieder weggespült werden. Da bei der Partikelgrößenmessung an der hergestellten Farbe Werte im normalen Standardbereich ermittelt wurden, scheinen diese Agglomerate in den folgenden Mischelementen wieder zerschlagen und aufgelöst zu werden.

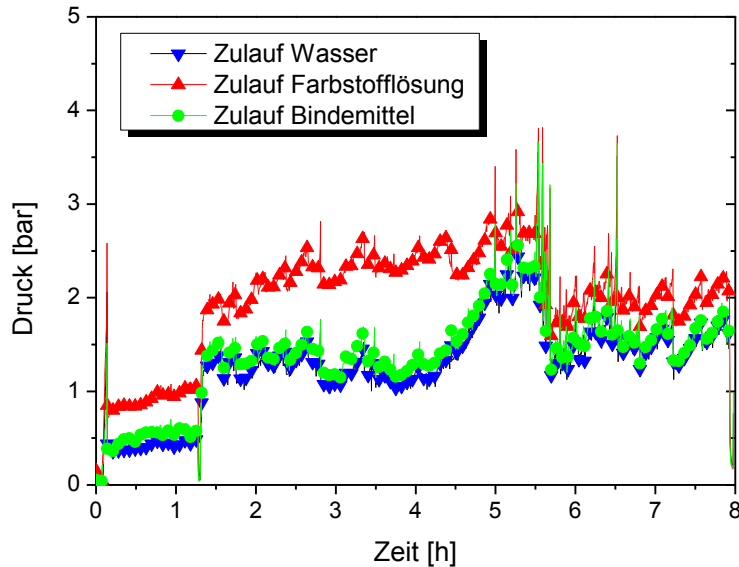


Abbildung 7: Prozessdrücke bei Vermischung von Bindemittelstrom, Wasser und Farbstoffvormischung in einem Schikanenmischer bei einem Gesamtvolumenstrom von 0,9 l/h

Bei Volumenströmen von über 4 l/h wurde allerdings der maximal erlaubte Druck von 7 bar erzielt. Auch bei Erwärmung der Farbformischung auf 50 °C und der dadurch erzielten Viskositätsreduzierung wurde diese Betriebsgrenze erreicht.

Nach den Versuchen wurde der Mischer mit unterschiedlichen Chemikalien (Wasser, Wasser-Ethanol Mischungen, Ethanol und Aceton) gespült. Der Mischer zeigte eine mittlere Reinigbarkeit. In mehreren Schikanen blieben Farbreste an den Wänden zurück, wie im folgenden Bild zu erkennen ist. Erst durch langwieriges Spülen sowie dem Einsatz von Ultraschall konnten alle Schikanen wieder gesäubert werden.

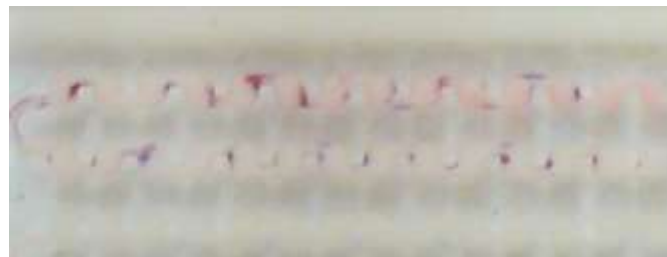


Abbildung 8: Nach Spülvorgängen zurückbleibende Ablagerungen im Schikanenmischer

Der Schikanenmischer eignet sich aufgrund der hohen erzielten Druckverluste nur bedingt für die Herstellung von Schreibfarben. Um eine Farbherstellung auf Produktionsmaßstab zu realisieren, müssten mehrere Mischer parallel geschaltet oder ein Glasmischer hergestellt werden, welcher deutlich höheren Drücken standhält. Während des Betriebs scheinen zudem Agglomerate gebildet, angelagert und teilweise wieder weggespült zu werden. Es



scheint auf Basis der Versuche nicht möglich zu sein, den Mischer in kurzen Spülzyklen wieder komplett zu reinigen, um dann erneut mit der Farbherstellung zu beginnen. Zudem wird die Handhabung von Glaskomponenten für einen Anlagenbediener als schwieriger eingeschätzt als die von Metallkomponenten.

Raupenmischer

Beim Raupenmischer werden die Einlassströme nach dem Aufeinandertreffen in den Mischelementen geteilt, zueinander verschoben und schließlich wieder vereinigt, bis sie in das nächste Mischelement eintreten. Im ersten Mischschritt werden jeweils zwei der vier Eduktströme miteinander vermischt. Wie in Abbildung 9 gezeigt ist, treffen diese Mischungen dann aufeinander, um im darauffolgenden Mischschritt vermischt zu werden.

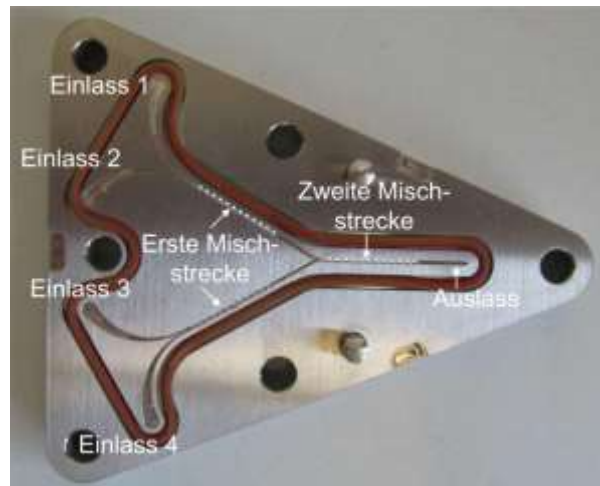


Abbildung 9: Aufbau des IMM Raupenmischers

Aufgrund der vier Edukteinlässe können unterschiedliche Zuführungskonzepte, Mischreihenfolgen und damit Mengenverhältnisse an den Mischungspunkten beim Raupenmischer realisiert werden. Die folgenden beiden Konzepte zur Bildung der vier Eduktströme wurden getestet:

- Bindemittelvormischung, Farbformischung mit Teil des Wassers und Teil des Glycerins, restliches Glycerin, restliches Wasser
- Bindemittelvormischung, Farbformischung mit Glycerin, Teilmenge Wasser, Teilmenge Wasser

Beispielhaft für das erste Konzept sind in Abbildung 10 die drei möglichen Mischreihenfolgen dargestellt.

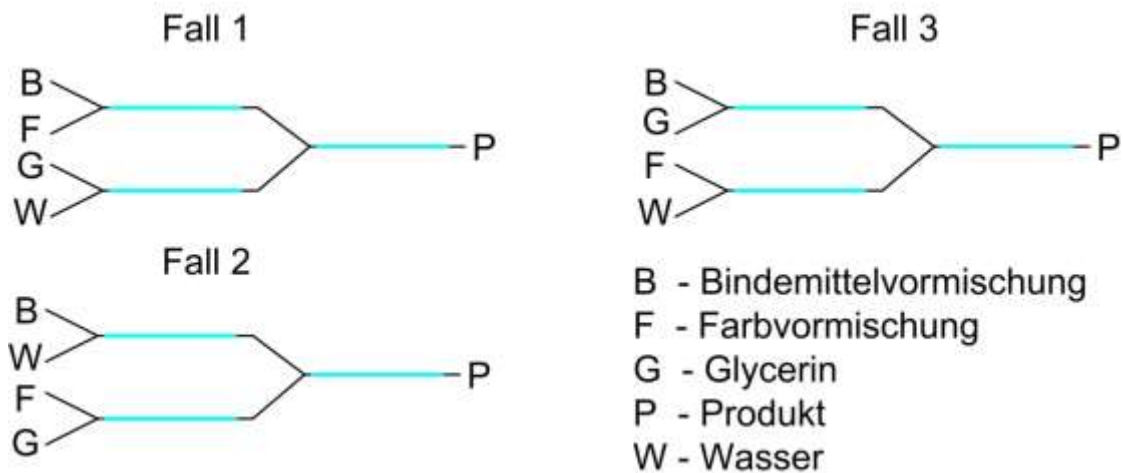


Abbildung 10: Mögliche Mischreihenfolgen beim IMM Raupenmischer

Im ersten Fall treffen die beiden kritischen Komponenten Bindemittelvormischung und Farbstoff suspension bereits während der ersten Mischstrecke aufeinander und werden auf der zweiten Mischstrecke dem mit Wasser verdünnten Glycerin zugeführt. Diese Kombination birgt das Risiko, dass eine Agglomeration bereits im ersten Mischungsabschnitt auftritt, da geringe Schwankungen im System zu veränderten Mischungsverhältnissen führen können. Außerdem sind die Fluidkanäle im Mischer so ausgearbeitet, dass zwei zu mischende Fluide bereits vor Eintritt in die Mischzellen miteinander in Kontakt kommen. Diese Mischgeometrie könnte eine Durchmischung der möglicherweise dann bereits agglomeralthaltigen Ströme beim Zusammentreffen womöglich nicht gewährleisten.

Fall 2 ist dem bisherigen Batch-Prozess am ähnlichsten. Bei dieser Kombination treten die Farbstoffvorlösung und das Wasser in benachbarten Kanälen ein und werden zuerst miteinander gemischt. Parallel dazu werden die Bindemittelvormischung und das Glycerin den anderen beiden Kanälen zugeführt. Die verdünnte Farbstofflösung wird in der folgenden zweiten Mischstrecke mit dem Dispersion-Glycerin-Gemisch vereint. Die Anordnung bedingt, dass jeweils zuerst die beiden hochviskosen Medien auf der einen und die beiden niedrigviskosen Fluide auf der anderen Mischstrecke miteinander gemischt werden. Eine Vereinheitlichung der Viskosität findet erst in der letzten Mischstrecke statt.

Bei Fall 3 treffen Ströme mit unterschiedlicher Viskosität in der ersten Mischstrecke aufeinander. Das Wasser wird mit der höher viskosen Bindemittelvormischung sowie die Farbstofflösung mit dem viskosen Glycerin gemischt.

Sowohl in Fall 2 als auch in Fall 3 ist das System weniger anfällig gegenüber Verstopfungen als in Fall 1, da in beiden Fällen die kritischen Fluide mit den beiden anderen Medien vorgemischt werden. Dadurch reduziert sich die Wahrscheinlichkeit, dass Agglomerate gebildet werden. Darüber hinaus gilt grundsätzlich, dass eine höhere Anzahl an Mischzellen und damit eine längere Mischstrecke zur Vermischung von unterschiedlich viskosen als zur Vermischung von ähnlich viskosen Fluiden benötigt wird. Folglich könnte sich bei Fall 3 eine höhe-



re Mischgüte ergeben als in Fall 2, da bereits in der ersten Mischstrecke die stark unterschiedlich viskosen Medien aufeinandertreffen.

Die oben genannten Überlegungen wurden in Versuchen bei Volumenströmen von 0,8 bis 6,8 l/h überprüft. Bei Fall 1 wurde spezifikationsgerechte Tinte produziert. Allerdings wurden bereits nach einer Betriebszeit von 1-2 h stark erhöhte Druckverluste registriert, so dass die Versuche abgebrochen werden mussten. Nach Auseinanderbau des Mischers waren sowohl im Auslass des Mischers als auch in den Mischstrecken Verstopfungen und Beläge erkennbar. Außerdem wurde Farbe aus den Kanälen in die Zwischenräume der beiden Mischerhälften gedrückt.

Die besten Mischresultate wurden im Fall 3 erzielt. Allerdings stieg der Druck über dem Mischer während der Versuche in dem genannten Volumenstrombereich bis 6,8 l/h stetig an, was auf die Bildung von Agglomeraten und ihre zunehmende Ablagerung im Mischer hindeutet. Nach Produktionsunterbrechungen wurden deutlich höhere Drücke als vorher registriert. Zudem wurde versucht, die Agglomerate bei beginnendem Druckanstieg durch einen Spülvorgang aus dem Mischer zu spülen. Sie verhakten sich jedoch in den Kanälen und sammelten sich dort und insbesondere im Auslass an (siehe Abb. 11).



Abbildung 11: Nach Spülzyklus sich im Auslass ansammelnde Agglomerate

Insgesamt wurde deutlich, dass in dem getesteten Volumenstrombereich bei keiner der Eingangsbelegungen die Edukte ohne Agglomeratbildung vermischt werden konnten. Nach einer gewissen Produktionszeit stieg bei allen Kombinationen der Druckverlust über dem Mischer deutlich an, was auf eine zunehmende Verstopfung des Mischers hindeutet. Bei den Versuchen bestätigt sich jedoch die Vermutung, dass die Agglomerate bei den Eingangsbelegungen 2 und 3 weniger stark auftreten als bei der Eingangsbelegung 1.

Nach den Versuchen musste der Mischer auseinander gebaut und manuell mit Bürsten gereinigt werden. Eine Reinigung aller Mischelemente per CIP-Reinigung war nicht möglich.

Grundsätzlich kann der Raupenmischer bei deutlich höheren Volumenströmen und Drücken eingesetzt werden als in den Versuchen untersucht wurde. Unter Umständen ist die Vermischung bei dem projektierten Produktionsvolumenstrom mit dieser Mischerart ohne Agglomeratbildung möglich. Jedoch wurde dies aufgrund der schlechten Reinigbarkeit im Fall von Schreibfarben, u.a. im Hinblick auf mögliche Produktionsunterbrechungen sowie An- und Abfahrprozessen, im Rahmen des Projektes nicht weiterverfolgt.



T-Mischer

Sehr gute Mischergebnisse wurden beim Einsatz eines T-Stücks von Swagelok erzielt. Dieses weist keine internen Geometrien zur Unterstützung einer Vermischung auf. Der Mischvorgang wird durch die Erzeugung von Wirbeln beim Aufeinandertreffen der beiden Eduktströme und der damit erzielten Verkürzung des Transportweges beschleunigt [5]. Zur Produktion wurde auf der einen Seite der Bindemittelmix und auf der gegenüberliegenden Seite die Farbstofflösung inklusive der gesamten Wasser- und Glycerinmenge zugeführt, während das Produkt senkrecht zu den Einlässen herausfloss. Die Viskosität der Eduktströme lag ungefähr in derselben Größenordnung. Das Volumenstromverhältnis betrug 1:1,5. Der Druckverlust über dem Mischer ist für unterschiedliche Reynolds-Zahlen in Abbildung 12 aufgezeigt. Die Reynolds-Zahlen wurden auf Basis des Gesamtstroms berechnet.

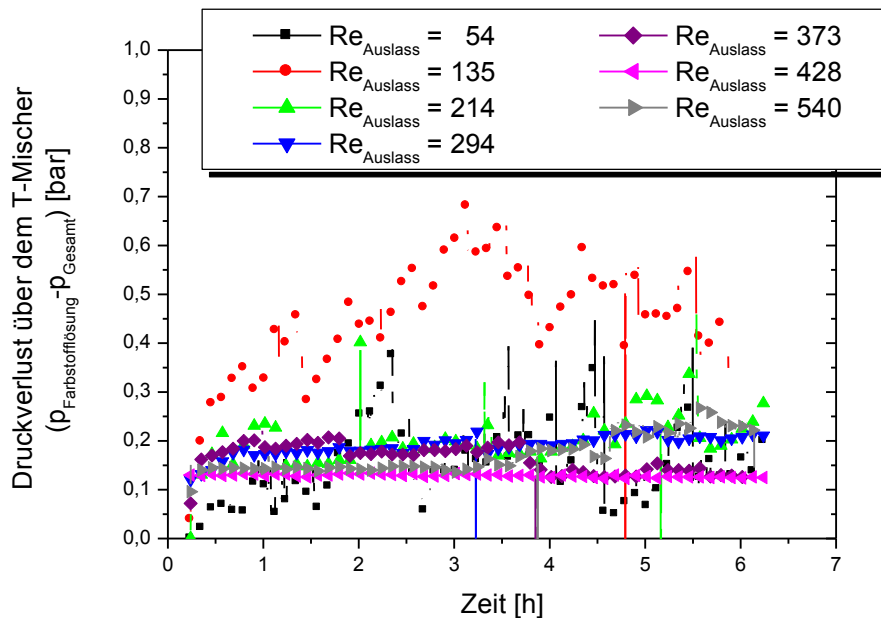


Abbildung 12: Druckverlust über T-Mischer bei unterschiedlichen Reynoldszahlen

Bei geringen Reynolds-Zahlen wurden Druckverlustschwankungen registriert, wohingegen für Reynolds-Zahlen über 294 stabile Druckverläufe beobachtet werden konnten. Dies deutet auf die Entwicklung des sogenannten 'Engulfment flow' hin, bei dem ein Doppelwirbel entsteht und die Edukte jeweils auf die gegenüberliegenden Seiten schwappen [6]. Dadurch ergeben sich kurze Diffusionswege.

Spezifikationsgerechte Tinte wurde bei allen Durchläufen bis auf die Versuche bei $Re=54$ produziert. Die Farbe erwies sich als langzeitstabil und im Hinblick auf die Partikelgrößen deutlich homogener als die im Batch hergestellte Schreibfarbe. Auf Basis der Masse der gebildeten Agglomerate konnte ein optimaler Re -Bereich identifiziert werden. Dieser liegt zwischen $Re=294$ und $Re=428$. Auch nach Produktionsunterbrechungen sowie An- und Abfahr-



vorgängen wurde ein stabiler Betrieb ohne zusätzliche Erhöhung des Druckverlustes realisiert. Zwei Langzeitversuche über 48 h wurden erfolgreich durchgeführt.

Im nächsten Schritt wurde untersucht, inwieweit auf Additive verzichtet werden kann, die der Farbe im Batch u.a. zur Steigerung der Stabilität des Bindemittels zugesetzt werden. Zudem wurde normales Leitungswasser anstelle von deionisiertem Wasser als Edukt eingesetzt. Dieses weist Ionen auf, die sich negativ auf die Stabilität des Bindemittels auswirken können. Diese Versuchseinstellungen führten allerdings zur Bildung von Agglomeraten und ihrer Ablagerung in den nachfolgenden Komponenten. Eine ausreichend lange Produktionszeit wird bei diesen umweltfreundlicheren Herstellungsbedingungen nicht realisiert.



MicroJetReactor

Daher wurde ein weiterer Mischer, ein sogenannter MicroJetReactor, untersucht. Dieser stellt eine Weiterentwicklung des T-Mischers dar, bei dem die beiden senkrecht aufeinanderprallenden Ströme in Düsen mit je 600 μm Durchmesser beschleunigt werden und schließlich in einer Mischzone aufeinanderprallen. Dort wird nahezu die gesamte kinetische Energie der Ströme in Mischenergie umgewandelt. Von dort wird die Mischung mit einem Transportgas aus dem Mischer befördert. Der Vorteil gegenüber dem T-Mischer liegt u.a. darin, dass die eingetragene Mischenergie deutlich höher ist. Außerdem hat die Mischung keinerlei Kontakt zu den Wänden im Inneren des Mischers, was die Ablagerungswahrscheinlichkeit deutlich mindert. Die dissipierte Energie ε kann mit folgender Formel berechnet werden:

(2)

Darin steht \dot{v} für den Volumenstrom, ΔP für den Druckverlust, ρ für die Dichte des Fluids sowie V für das Volumen des Fluids zwischen den beiden Punkten der Druckmessung.

Der Mischer wurde bei Volumenströmen von 6,5 bis 13 l/h getestet, wobei wiederum auf der einen Seite der Bindemittelmix und auf der gegenüberliegenden Seite die Farbstofflösung inklusive der gesamten Wasser- und Glycerinmenge zugeführt wurde. Aufgrund der Anordnung der Edukteinlässe ist es notwendig, zunächst über beide Einlässe Wasser zu fördern und erst nach und nach auf die Edukte umzuschalten. Ansonsten droht eine Verstopfung der Düsen. Nachdem stabile Drücke erzielt wurden, können Produktumstellungen bei laufendem Betrieb der Pumpen ohne Probleme erfolgen. Für das Abfahren der Anlage sollte diese Prozedur in umgekehrter Reihenfolge durchgeführt werden.

Die ersten Versuche wurden mit Transportgas zum Ausschleusen der Mischung durchgeführt. Allerdings zeigte sich, dass dieses ein Schäumen der Tinte hervorruft. Der Schaum legte sich erst nach mehr als 48 Stunden, so dass eine Abfüllung der Tinte direkt nach Produktion nicht möglich ist. Wie in Abbildung 13 zu erkennen ist, können jedoch bei einem Volumenstrom von 13 l/h auch ohne Transportgas eine ausreichende Vermischung sowie stabile Druckverläufe erzielt werden.

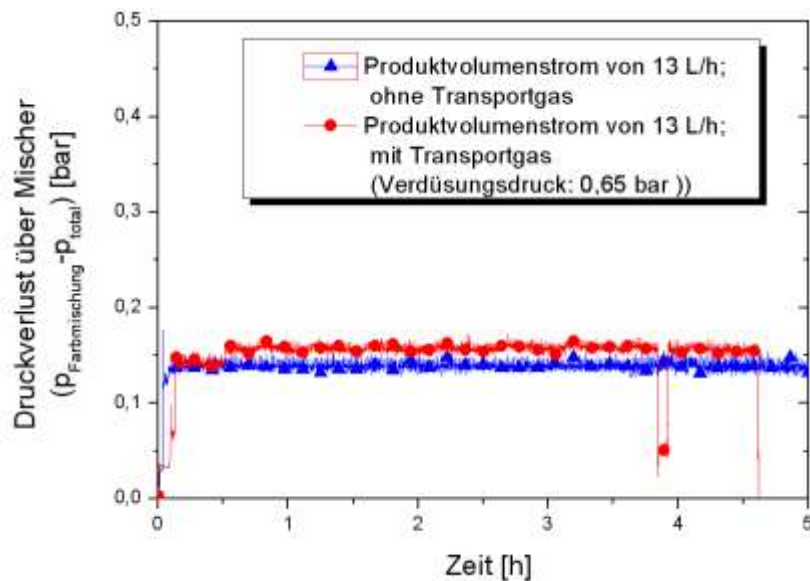


Abbildung 13: Druckverlust über MicroJetReactor bei einem Produktionsvolumenstrom von 13 l/h

Partikelgrößenmessungen der produzierten Tinte zeigten, dass in den ersten drei Minuten nach Anfahren aufgrund der nicht optimalen Mischungsverhältnisse agglomerathaltige Tinte hergestellt wird. Bis zur fünften Minute nach Umschaltung auf die Edukte liegen außerdem die Farbwerte außerhalb des Sollwertbereiches, so dass diese Menge Farbe direkt nach dem Mischer ausgeschleust und verworfen werden sollte. Die danach produzierte Tinte ist jedoch spezifikationsgerecht. Aufgrund der Korrelation der beiden Messparameter kann die Farbwertmessung zur in-line Produktionskontrolle eingesetzt werden.

Zur Untersuchung des möglichen Betriebsfensters wurde der Volumenstrom schrittweise abgesenkt und die jeweilige eingetragene Energie bestimmt. Bei geringeren Volumenströmen als 7,8 l/h traten Druckschwankungen insbesondere auf der Zuführungsseite des Bindemittels auf. Anscheinend war der durch die Pumpen aufgebrachte Druck nicht hoch genug, um die sporadisch auftretenden größeren Bindemittelpartikeln durch die Düsen zu fördern. Die Düse verblockte, so dass der Farbstofflösungsstrom kurzzeitig bis zur Bindemitteldüse strömte, bis die Düse wieder freigefördert war. Dadurch wurden kurzzeitig Agglomerate gebildet. Für alle Volumenströme oberhalb dieses Grenzwertes konnte jedoch spezifikationsgerechte Tinte produziert werden. Aufgrund der hohen eingetragenen Mischenergie konnte bei diesen Einstellungen ebenfalls auf die umweltschädlichen Additive sowie das VE-Wasser verzichtet werden. Das Bindemittel kann dem Prozess daher rein zugeführt werden, so dass nur noch eine Vormischung, die Farbvormischung, erstellt werden muss.

Ein Scale-Up auf Produktionsmaßstab kann laut Falk und Commenge [7] auf Basis einer konstanten dissipierten Energie durchgeführt werden. So könnte beispielsweise ein MicroJetReactor mit größeren Düsen bei der berechneten, mindestens benötigten Mischenergie eingesetzt werden. Möglicherweise kann auch derselbe Mischer bei höheren Volumenströmen verwendet werden, da sich die Partikeln als sehr scherestabil erwiesen haben.



Die Reinigungsversuche mit dem Colliding Jet Mischer sind in Kapitel 4.9 beschrieben.

Ausführungsweisen zur Vermischung und Erwärmung

Zusätzlich sollte untersucht werden, in wieweit die beiden Prozesse Mischen und Reaktion in einem Bauteil oder nacheinander erfolgen sollen. Folgende Ergebnisse wurden bei den Untersuchungen erzielt:

- 1) Vorheizen eines oder mehrerer Eduktströme, so dass in der Mischung die gewünschte Temperatur eingestellt wird

Bei Vorversuchen im Becherglas stellte sich heraus, dass ein bloßes Verrühren von Edukten unterschiedlicher Temperatur zur Einstellung der gewünschten Temperatur nicht ausreicht, um den Farbkomplex zu bilden. Eine längere Haltezeit auf Reaktionstemperatur ist von Nöten. Diese Variante zieht somit zwei Heizschritte, zum Vorheizen sowie zur Reaktion, nach sich und ist dadurch apparativ sehr aufwendig. Zusätzlich führte die Erhitzung der Edukte zu einer höheren Agglomeratneigung der Farbe und damit zu einer höheren benötigten Mischenergie. Ein Vorheizen zur Einstellung der gewünschten Temperatur ist damit nicht zweckmäßig.

- 2) Beheizung des Mischelementes selbst, oder

Für die Versuche an der Mikrokontianlage wurden die Mikromischer in einen Thermostaten eingelassen, dessen Badtemperatur variiert wurde. Dabei stellte sich heraus, dass die Beheizung des Mischelementes selbst ebenfalls nicht ausreichend ist, um die Mischung in der kurzen Verweilzeit im Mischer auf Reaktionstemperatur zu erhitzen sowie die vollständige Bildung des Farbkomplexes herbeizuführen. Auch in diesem Fall sind daher zwei Heizschritte bzw. ein kombiniertes, komplett beheiztes Misch- und Verweilzeitmodul nötig. Allerdings wurde auch bei diesen Untersuchungen eine erhöhte Agglomeratneigung durch die eingebrachte Heizenergie beim Mischen beobachtet.

- 3) Mischung aller Edukte und anschließende Aufheizung der Mischung.

Diese Gestaltungsart führte zu den besten Mischergebnissen und damit der höchsten Produktqualität. Durch die Ausführung in getrennten, aufeinanderfolgenden Apparaten kann eine optimale Einstellung der beiden Prozessschritte erfolgen. Alternativ könnte ein kombiniertes Misch- und Verweilzeitstreckenmodul mit gezielter Beheizung der Verweilzeitstrecke eingesetzt werden. Die Vermischung wird bei dieser Einstellung nicht von zusätzlicher Heizenergie negativ beeinflusst. Diese Einstellung wurde daher für die weiteren Versuche beibehalten. Die Versuche zur Einleitung der Reaktion sowie zur benötigten Haltezeit auf Reaktionstemperatur im kontinuierlichen Betrieb werden im folgenden Kapitel beschrieben.



4.6. Einleitung der Farbreaktion

Für den Batchbetrieb ist bislang nicht quantifiziert worden, wieviel Energie der Mischung zugeführt werden muss, bis die Farbherstellung abgeschlossen ist. Die Mischung wird daher so lange erhitzt, bis der Anlagenbediener die Farbe auf Basis einer optischen Prüfung für gut befindet. Vorsichtshalber wird in den meisten Fällen die Heizphase darüber hinaus ausgedehnt.

Bei der kontinuierlichen Herstellung ist zur Durchführung der Farbreaktion das Einfügen einer Verweilzeitstrecke von Nöten. Wie im vorigen Kapitel beschrieben wurde, sollte zunächst die Mischung aller Edukte erfolgen und erst danach die Erhitzung auf Reaktionstemperatur. Die Verweilzeitstrecke kann sowohl als temperierte Komponente mit Mikrokanälen als auch als Schlauchstück ausgeführt sein, welches innerhalb eines Thermostaten erwärmt wird. Das erlaubte Parameterfenster, welches von der Fluidtemperatur und der Verweilzeit in Abhängigkeit von der Länge der Verweilzeitstrecke aufgespannt wird, war jedoch bei Projektbeginn unbekannt. Aufgrund der höheren Flexibilität im Hinblick auf eine Veränderung dieser Parameter wurde die Verweilzeitstrecke für die Laboruntersuchungen als PTFE-Schlauch mit einem Innendurchmesser von 1,6 mm ausgeführt, welches zur Erwärmung in das Bad eines Thermostaten eingebracht wurde (siehe Abbildung 14).



Abbildung 14: Zur Farbreaktion ins Bad eines Thermostaten eingelegte Verweilzeitstrecke

Unterschiedliche Schlauchlängen und Badtemperaturen konnten auf diese Weise realisiert werden. Während der Messungen wurden die Temperaturen am Ein- und Auslass der Verweilzeitstrecke sowie im Thermostatbad gemessen. Die Messung der Farbwerte ergab schließlich den Zusammenhang zwischen Verweilzeit und Temperatur. Die Ergebnisse von vier unterschiedlichen Verweilzeiten sind in Abbildung 15 dargestellt. Beginnend mit VWZ1 erfolgte die Nummerierung mit aufsteigender Verweilzeit im Schlauch.

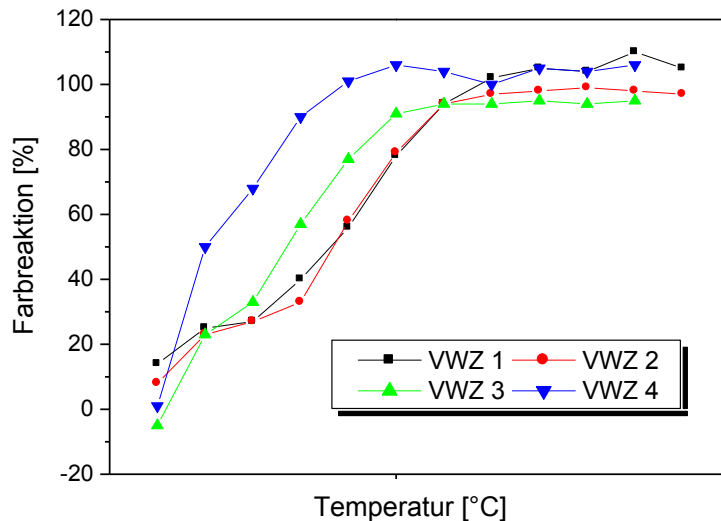


Abbildung 15: Einfluss von Temperatur und Verweilzeit (VWZ) auf den Abschluss der Farbreaktion, Nummerierung erfolgte mit aufsteigender Verweilzeit im Schlauch

Bei allen Verweilzeiten konnte bei einer bestimmten Temperatur spezifikationsgerechte Tinte hergestellt werden. Im Vergleich zur batchweisen Herstellung konnte die Gesamtreaktionszeit aus Aufheizung, Halten bei Reaktionstemperatur und anschließende Abkühlung um rund 95 % gesenkt werden. Dies wird hauptsächlich durch die verringerten Transportlängen und den dadurch verbesserten Wärmeübergang ermöglicht.

Zudem konnte mit Hilfe der Temperaturmessungen beim Ein- und Austritt in die Verweilzeitstrecke sowie der Wärmekapazität der minimal benötigte Wärmestrom zur Abschluss der Farbreaktion mit folgender Formel bestimmt werden:

$$(3)$$

Auf Basis dieser Ergebnisse kann für den Produktionsmaßstab die Auslegung einer Verweilzeitkomponente mit Mikrokanälen erfolgen. Ebenso ist es möglich, weiterhin einen Schlauch mit einer entsprechenden Verweilzeitstrecke in das Bad eines Thermostaten einzubringen.

4.7. Wärmeintegration durch Mikrowärmeübertrager

Bei den unterschiedlichen Mischerfahrweisen hat sich gezeigt, dass die Edukte zunächst gemischt und danach erst erhitzt werden sollten. Dies erlaubt eine Wärmeintegration. Dabei wird die kalte Tinte im Gegenstrom zur bereits reagierten Tinte aufgeheizt. Zur Wärmeintegration wurde ein Folienwärmeübertrager des Instituts für Mikroverfahrenstechnik am Karlsruher Institut für Technologie eingesetzt, siehe Abbildung 16. Der Folienwärmeübertra-

ger besteht aus zwei Gehäusehälften, zwischen die eine Folie mit Mikrokanälen eingelegt wird. Die Zerlegbarkeit ist vorteilhaft für die Demontage, Reinigung sowie für den Austausch der Folien.

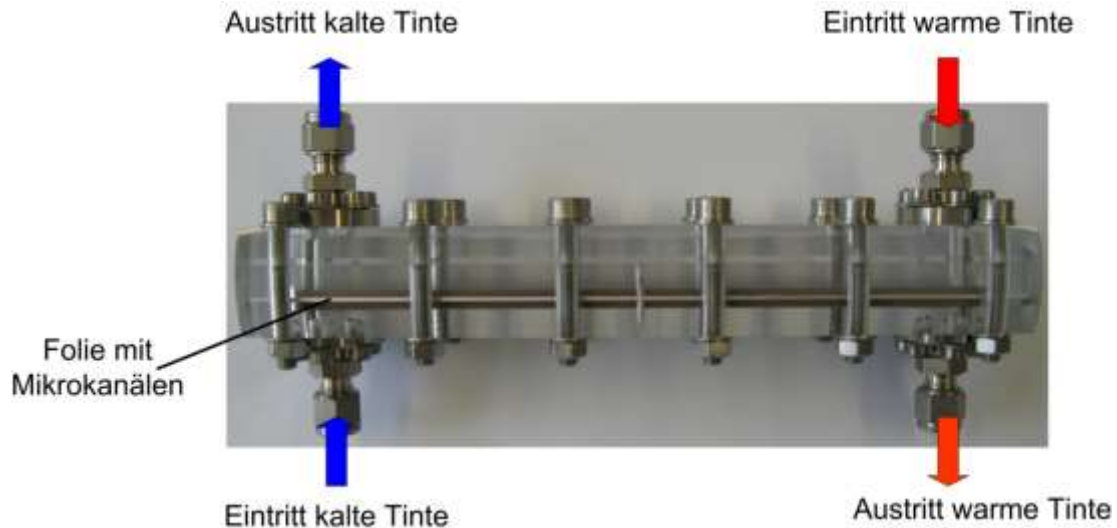


Abbildung 16: Zur Wärmeintegration eingesetzter Folienwärmeübertrager des Karlsruher Institut für Technologie

Mehrere Folien mit einer unterschiedlichen Anzahl an Kanälen sowie unterschiedlicher Kanalgeometrie standen zur Verfügung. Es wurden zwei unterschiedliche Folien experimentell untersucht:

- 1) Folie, die beidseitig 8 parallele Kanäle á 400 μm x 400 μm aufweist
- 2) Folie, die beidseitig 34 parallele Kanäle á 200 μm x 200 μm aufweist

Bei den Versuchen wurde die Temperatur des eintretenden warmen Stromes per Regelung des Thermostaten konstant gehalten. Die sich einstellenden Reynoldszahlen lagen alle im laminaren Bereich.

Zur Berechnung des Wärmedurchgangskoeffizienten k wird die effektive Wärmeübertragungsfläche A_{eff} verwendet. Diese ist nach Brandner et al [8] definiert als

(4)

mit

(5)



Darin entspricht n_p der Anzahl von Wärmeübertragerfolien pro Passage, n_k der Anzahl von Kanälen pro Folie, C_k des benetzten Umfangs der rechteckigen Kanäle, l_k der effektiven Länge eines Kanals, sowie B und H der Breite sowie Höhe der Kanäle. Zur Bestimmung des Wirkungsgrads wird der experimentell ermittelte Wärmestrom auf der kalten und heißen Seite miteinander verglichen. So ergibt sich:

(6)

Auf Basis des Wärmestroms auf der kalten Seite lässt sich der Wärmedurchgangskoeffizient bestimmen zu

(7)

wobei die mittlere logarithmische Temperaturdifferenz T_m definiert ist als

(8)

Hierin steht der Index 1 für den Einlassstutzen am Wärmeübertrager und der Index 2 für den Auslass.

In Abbildung 17 sind die Ergebnisse des Wirkungsgrads sowie des erzielten Wärmedurchgangskoeffizienten bei der Wärmeübertragung als Mittelwert aus drei Messreihen dargestellt. Bei beiden Platten konnte ein Wirkungsgrad von 97-100 % festgestellt werden. Der maximale Wärmedurchgangskoeffizient konnte zu $k = 2.100 \text{ Qm}^{-2}\text{K}^{-1}$ bestimmt werden. Allerdings wird dieser für einen Wirkungsgrad von 100 % wahrscheinlich unterschätzt, da der Wärmeübertrager für den vorliegenden Fall überdimensioniert ist.

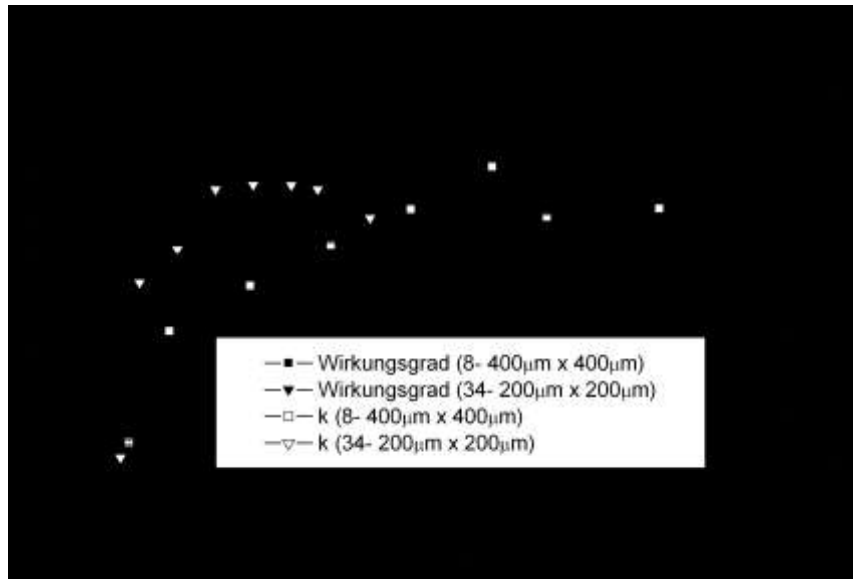


Abbildung 17: Wirkungsgrad und Wärmedurchgangskoeffizient des eingesetzten Folienwärmeübertragers bei verschiedenen Folien

Die Wärmeübertragerfolie mit den kleinen Kanälen wies eine deutlich höhere Verblockungsneigung auf als die Folie mit den breiteren Kanälen. Insbesondere am Ort der Umlenkung des Stroms in die Mikrokanäle können sich Partikeln und Agglomerate ablagern. Daher wurden in den nachfolgenden Versuchen sowie den Langzeitversuchen die Folie mit den größeren Kanälen eingesetzt. Auf Basis der in Kapitel 4.5 beschriebenen An- und Abfahrvorgängen inklusive Ausschleusung der agglomerathaltigen Tinte zu Produktionsbeginn traten keine Ablagerungen oder Verblockungen des Mikrowärmeübertragers mehr auf. Eine Produktion über 48 h konnte erfolgreich betrieben werden.

Insgesamt zeigte der Folienwärmeübertrager exzellente Wärmeübertragungseigenschaften und erlaubt eine Wärmeintegration. In Kapitel 4.14 wird betrachtet, inwieweit die Wärmeintegration zu einer ökologischen Verbesserung des Prozesses führt.

4.8. Produktwechsel

Auf der Mikrokontianlage sollen mehrere ähnliche Produkte in Kampagnenfahrweise hergestellt werden. Dabei wird eine Farbe kontinuierlich auf der Anlage produziert, bis die gewünschte Produktionsmenge erreicht ist. Dann wird ein Produktwechsel eingeleitet, bei dem die Anlage gereinigt wird, um Überreste und ggf. Ablagerungen der vorherigen Farbe aus ihr zu entfernen. Bei der Kampagnenplanung sind die beiden Parameter Produktabfolge sowie optimale Kampagnenlänge zu betrachten. Die Produktabfolge wiederum beeinflusst den Produktverlust, den Reinigungsaufwand bei Produktumstellung sowie die Stillstands- und Rüstzeiten der Anlage.

Auf Basis von Kontaminationsuntersuchungen werden in diesem Kapitel sowohl die optimale Produktabfolge als auch die optimale Kampagnenlänge mit dem Ziel bestimmt, den benötigten Reinigungsaufwand bei Produktumstellungen soweit wie möglich zu verringern. Der idea-



le Fall besteht dabei in einem Produktwechsel ohne Zwischenreinigung. Wie in Abbildung 18 dargestellt, wird dabei ein Verschnitt erzeugt. Dessen Menge wird bestimmt durch den Zeitraum zwischen Umschaltung auf die nächste Farbformischung (t_1) und dem Zeitpunkt, an dem die nachfolgende Farbe zum ersten Mal spezifikationsgerecht im Produktbehälter ankommt (t_2). Aufgrund des geringen Anlagenhold-Up wird nur eine sehr geringe Verschnittmenge erwartet. Dennoch ist die Betrachtung für die Herstellung von Spezialitäten mit einer sehr geringen Produktionsmenge von großer Bedeutung.



Abbildung 18: Verschnitt bei Umstellung von Farbe A auf Farbe B, t_1 kennzeichnet den Zeitpunkt, an dem auf die Farbformischung B umgeschaltet wird, wohingegen bei t_2 die erste spezifikationsgerechte Farbe B im Produktbehälter ist

Der Verschnitt kann auf vier Arten verwendet werden. Erstens kann er als Abfall verworfen werden. Außerdem kann er entweder zur vorherigen oder zur nachfolgenden Farbe hinzugegeben werden. Viertens besteht die Möglichkeit, den Verschnitt entsprechend seines Farbwertes aufzuteilen.

Zur Identifikation der optimalen Produktionsreihenfolge ist es zunächst wichtig, die Farbeigenschaften des Verschnitts bei unterschiedlichen Kombinationen festzustellen. Dazu wurden Farbmessungen an Tinten mit unterschiedlichen Anteilen von einer weiteren Tinte durchgeführt. Die Paare wurden entsprechend des gemessenen Farbabstandes zwischen kontaminierter und Standardfarbe kategorisiert und in einer Kontaminationsmatrix aufgeführt, die in Tabelle 3 dargestellt ist. Dabei deuten Farbabstände bis zu einem Wert von 2 auf sehr gute Farbeigenschaften trotz Kontamination hin. Werte zwischen 2 und 5 kennzeichnen Farbe mit mittleren Farbeigenschaften, wohingegen Farbabstände über einem Wert von 5 auf eine hohe Sensitivität gegenüber Kontamination hindeuten. Obwohl die betrachtete Produktgruppe fünf Farben umfasst, wurden bei diesen Versuchen nur diejenigen vier Farben berücksichtigt, die auch kontinuierlich auf der Anlage produziert werden. Die fünfte Farbe ist eine Mischung aus zwei weiteren Farben.

Tabelle 3: Qualität der Originalfarbe nach Verunreinigung durch eine weitere Farbe (+ hohe, ~ mittlere, - schlechte Qualität)

		verunreinigt durch			
		A	B	C	D
Originalfarbe	A	/	-	-	-



B	~	/	-	-
C	-	-	/	~
D	~	+	+	/

Danach ist Farbe A die kontaminationssensitivste Farbe. Sie sollte entweder vor der Farbe B oder D hergestellt werden. Ob vor Produktion von A gereinigt werden muss, hängt von der Produktionsmenge ab, was im nächsten Abschnitt untersucht wird. Die Farbe D hingegen kann als sehr wenig sensitiv charakterisiert werden. Sie kann daher entweder nach der Farbe B oder C produziert werden, sollte aber von Farbe C gefolgt werden. Auf Basis der Matrix ergibt sich als optimale Produktionsreihenfolge, die alle vier Farben umfasst, die Sequenz A, B, C, D. Weiterhin bietet sich die Reihenfolge (A), D, C, D an. Auf Basis dieser Untersuchungen wurde außerdem für jede Kombination die maximal erlaubte Kontamination definiert.

Zur Bestimmung der Mindestproduktionsmengen ohne Zwischenreinigungsschritt wurden im nächsten Schritt Produktwechsel an der Mikrokontianlage durchgeführt. Dabei werden die vier Farben in optimaler Produktionsreihenfolge direkt nacheinander produziert. Der dabei entstehende Verschnitt wird jeweils zur nachfolgenden Farbe hinzugegeben. Bei dieser Option kann der Einfluss der maximalen Kontamination der nachfolgenden Farbe untersucht werden. Außerdem entsteht kein Produktverlust. Nach bestimmten Zeiten wurden Farbproben genommen und auf ihren Farbabstand zum jeweiligen Standard hin untersucht. Außerdem wurde das Gesamtproduktionsvolumen vermessen, um die Mindestproduktionsmenge zu identifizieren, bei der ohne Zwischenreinigung produziert werden kann. In Abbildung 19 ist beispielhaft der Umstellvorgang von Farbe A auf Farbe B dargestellt. Bei den Produktwechselfersuchen ist ein Anlagenteilinhalt von 0,43 l relevant, da lediglich das ausgetauschte Volumen betrachtet wird. Da bei allen Farben derselbe Bindemittelmix zum Einsatz kommt, muss das Volumen dieser Zuführungsleitungen nicht mit einbezogen werden.

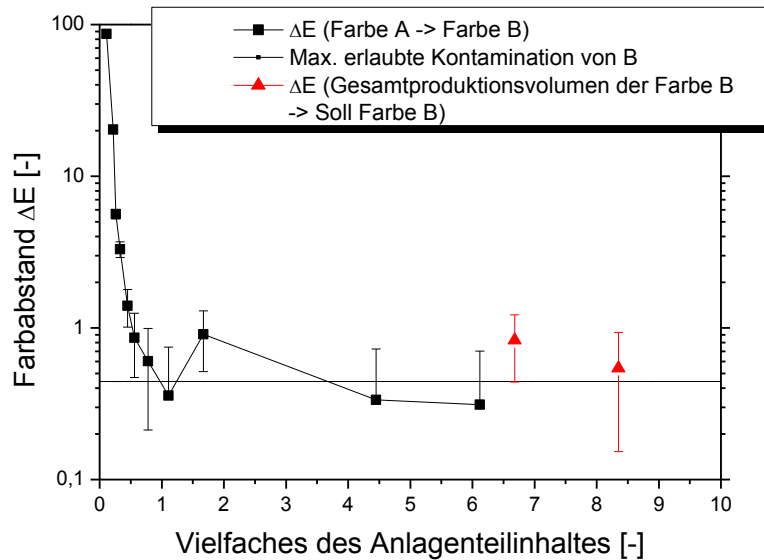


Abbildung 19: Farbabstand bei Produktwechsel von Farbe A zu Farbe B, der relevante Anlagenteilinhalt beträgt 0,43 l

Die Farbmessungen zeigen, dass bereits nach Austausch des vierfachen Anlagenteilinhalt spezifikationsgerechte Tinte hergestellt wird. Der Trend der integralen Messungen deutet darauf hin, dass der Anlagenteilinhalt weniger als 20 mal ausgetauscht werden muss, damit das gesamte Produktionsvolumen spezifikationsgerechte Farbeigenschaften aufweist. Bei den anderen Kombinationen ergab sich ebenfalls, dass 20 Austauschvorgänge ausreichen. Lediglich bei dem Produktwechsel zur kontaminationssensitiven Farbe A sollte ein Reinigungsvorgang durchgeführt werden. Eine weitere Möglichkeit wäre die Aufteilung des Verschnitts entsprechend des Farbwertes.

Für die Laboranlage bedeutet dies, dass bei Einhaltung der optimalen Produktionsreihenfolge Farbe mit Produktionsmengen von weniger als 10 l ohne Zwischenreinigung nacheinander produziert werden können. Bei Übergang zum Produktionsmaßstab wird sich der Anlagenhold-Up evtl. geringfügig ändern. Selbst bei einer zehnfachen Vergrößerung des Hold-Up reichen allerdings immer noch weniger als 50 l aus, um bei der optimalen Produktionsreihenfolge ohne Zwischenreinigung zu fertigen. Diese Produktionsmengen können auch bei beliebiger Produktionsreihenfolge durch Aufteilung des Verschnitts mit Hilfe einer on-line Farbwertmessung realisiert werden.

Aufgrund des geringen Anlagenhold-Up sowie der Kampagnenplanung kann so auf Reinigungsschritte während der Produktion verzichtet werden. Neue Produkte können auf Basis der verwendeten Farbstoffe und Pigmente in die Produktionsreihenfolge integriert werden. Eine Reinigung der Anlage ist so lediglich einmal pro Woche als Teil des Abfahrprozesses vor dem Wochenende von Nöten.

4.9. Spül- und Reinigungsverhalten



Für die Reinigung der Anlage soll eine CIP-Prozedur entwickelt werden. Dafür ist es notwendig, einen Reinigungsendpunkt zu definieren sowie geeignete Sensoren für die Überwachung zu finden [9]. Beim Reinigungsendpunkt sollten zwei Fälle unterschieden werden. Beim regulären Abfahrvorgang reicht es, wenn das Fluid in der Anlage einen Farbwert aufweist, der unterhalb der erlaubten Kontamination in Bezug auf die nachfolgende Farbe liegt. Vor Wartungsvorgängen oder zum Austausch von einzelnen Anlagenkomponenten sollte hingegen sehr gründlich gereinigt werden, um eine Verunreinigung der Anlage selbst durch die herausfließenden Farbreste zu vermeiden. Der Reinigungsvorgang selbst wird durch mehrere Faktoren beeinflusst, die im erweiterten Sinnerkreis zusammengefasst sind [10]. Dazu gehören die Art und Menge der Ablagerungen, das Design der Anlage, Mechanik während der Reinigung sowie die Temperatur und Art des Reinigungsmittels.

Zur Identifikation geeigneter Reinigungsmittel wurden nach einer sechsstündigen Farbproduktion Reinigungsexperimente auf der Mikrokontianlage durchgeführt. Dabei sollte auch untersucht werden, ob Farbwertmessungen zur Definition des Reinigungsendpunktes und zur Überwachung des Reinigungsvorgangs eingesetzt werden können. Die hier vorgestellten Versuche wurden bei den 2-Komponentenmischern, dem T-Mischer als auch dem MicroJet-Reactor, durchgeführt. Nachdem die Produktionszeit abgelaufen war, wurde das zu testende Reinigungsmittel über beide Zuführungsleitungen in den Prozess eingebracht. Während der Versuche wurde in regelmäßigen Abständen Proben der Reinigungsflüssigkeit genommen und mit dem Farbmessgerät analysiert. Außerdem wurde der Mikrowärmeübertrager mit einem Digitalmikroskop auf Rückstände hin untersucht. Für die Reinigungsversuche wird der ausgetauschte Teilanlageninhalt von 0,6 l betrachtet.

Bei der Auswahl der zu testenden Medien wurde auf die möglichen Wechselwirkungen mit den Edukten geachtet. Sowohl Säuren als auch Laugen können zu einer Destabilisierung des Bindemittels führen und bedingen daher eine sehr gründliche Nachspülung mit Wasser. Daher wurden zunächst diejenigen Reinigungsmedien getestet, die auch im Batch Anwendung finden. Dazu gehören Wasser und eine 10 % ige wässrige Natriumcarbonatlösung. Ethanol wurde aufgrund der hohen Flüchtigkeit nicht eingesetzt. Stattdessen kam Ethylenglykol zum Einsatz. Die Ergebnisse von Versuchen bei einem Volumenstrom von 2 l/h sind für alle drei Medien in Abbildung 20 dargestellt. Bei diesen Versuchen betrug die Temperatur des Reinigungsmittels jeweils 20 °C.

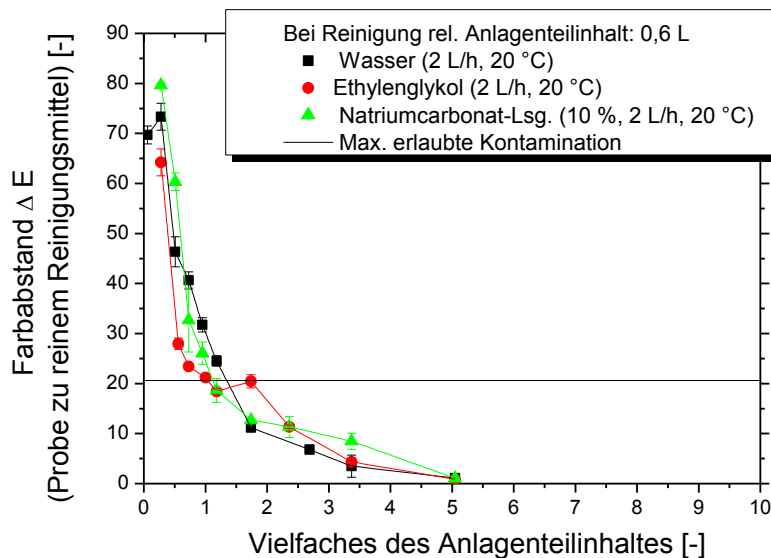


Abbildung 20: Farbabstand während des Reinigungszyklus unter Variation des Reinigungsmittels, der relevante Anlagenteilinhalt beträgt 0,43 l

Es ist zu erkennen, dass die Art des Reinigungsmittels wenig Einfluss auf die Dauer des Reinigungsprozesses hat. Bei allen drei Medien wird die maximal erlaubte Kontamination bereits nach dem zweifachen Austausch des Anlagenteilinhalt unterschritten. Nach fünfmaligem Austausch werden Farbabstände von unter 1 gemessen. Allerdings zeigten sich Unterschiede zwischen den Reinigungsmitteln im Hinblick auf den Austrag der etwas viskoserer Farbstoffmischung. Ethylenglykol bewirkte aufgrund seiner höheren Viskosität ein schnelleres Ausspülen als die anderen Medien. Der Bindemittelzulauf hingegen wurde am besten mit Wasser gereinigt. Das Medium Wasser wurde schließlich aufgrund seiner ökologischen Unbedenklichkeit ausgewählt.

In weiteren Versuchen wurde sowohl der Einfluss einer Temperatur- als auch einer Volumenstromänderung untersucht. Die Ergebnisse zur Temperaturvariation zeigen, dass eine Temperatur von 20 °C am besten zur Reinigung geeignet ist. Bei höheren Temperaturen flockte das in der Anlage, insbesondere in den Pumpen enthaltene Bindemittel aus und ließ sich schlechter ausspülen. Bei Variation des Volumenstroms konnte kein Einfluss festgestellt werden. Es handelt sich bei der Reinigung damit um reine Ausspülvorgänge. Hohe Volumenströme können daher gewählt werden, um die Reinigungszeit gering zu halten. Bei einem Volumenstrom von 13 l/h wird nach einer halben Stunde der Farbabstandswert von 1 unterschritten. Beim normalen Abfahrvorgang würde es reichen, die maximal erlaubte Kontamination zu erreichen. Dies erfolgt bereits nach einer Spülzeit von 12 Minuten mit 2,6 l Wasser.

Allerdings wird eine weitaus größere Reinigungsmittelmenge für die Reinigung der Vorlagekessel für den Farbvorgang benötigt. Um diese Menge zu reduzieren, sollte pro Farbvorgang je ein Vorlagenkessel zur Verfügung stehen. So können die Kessel nach Entlee-



rung mehrfach wieder aufgefüllt werden und nur bei starker Verunreinigung gespült werden. Die Spülwassermenge kann voraussichtlich durch den Einsatz eines Hochdruckreinigers weiter reduziert werden.

Um die beiden Produktionsweisen im Hinblick auf die benötigten Reinigungsmittelmengen miteinander zu vergleichen, soll eine Ansatzmenge von 1000 l betrachtet werden. Bei der batchweisen Produktion fallen pro Ansatz bis zu 4000 l Wasser sowie jeweils 1 l Ethanol und Natriumcarbonatlösung an. Dieselbe Menge kann auf der Mikrokontianlage bei einem Volumenstrom von 13 l/h in 76 Betriebsstunden hergestellt werden. Ein Reinigungsschritt ist nach Erreichen der Produktionsmenge erforderlich, bei der 6,5 l Wasser anfallen. Zusätzlich wird angenommen, dass bei der Reinigung des Farbvorlagekessel mit einem Hochdruckreiniger 200 l Wasser anfallen. Die gesamte Menge beträgt bei der kontinuierlichen Fahrweise damit lediglich 206,5 l. Damit können bei der Umstellung auf eine kontinuierliche Betriebsweise bis zu 95 % der Reinigungsmittelmenge eingespart werden.

4.10. Produktionsplanung und Produktionsschema für ein Jahr

Bei der Definition der optimalen Kampagnenlänge kommen jedoch nicht nur die genannten ökologischen Aspekte zum Tragen. Zusätzlich müssen ökonomische Aspekte wie die Lager- und Materialkosten, die produktspezifische Kapazität, die resultierenden Standzeiten der Anlage, die Personal-, Rüst- und Energiekosten betrachtet werden. Als die beiden Hauptziele bei der Produktionsplanung wurden die Minimierung des Reinigungsaufwandes sowie die Reduzierung der Herstellkosten definiert.

Drei Maßnahmen bieten sich zur Minimierung des Reinigungsaufwandes an:

- 1) Produktion einer einzigen Produktgruppe/
Woche

Auf der Mikrokontianlage sollte möglichst nur eine Produktgruppe in der Woche produziert werden. Auf diese Weise ist keine Umrüstung und damit auch kein Reinigungsvorgang vor Umrüstung von Nöten.

- 2) Produktionsmengen sollten oberhalb der Mindestmenge liegen

Die auf der Anlage gefertigten Produkte sollten möglichst bei Produktionsmengen gefertigt werden, die oberhalb der in Kapitel 4.8 definierten Mindestmenge liegen. Die Anlage muss so nur einmal pro Woche vor dem Abfahrvorgang gereinigt werden. Zusätzlich sollte eine in-line Farbwertmessung zur Produktionskontrolle und Aufteilung des Verschnitts vorgesehen werden.

- 3) Einordnen von Spezialitäten in optimale Produktionsreihenfolge

Spezialfarben, die speziell auf Wunsche von Kunden in Kleinmengen gefertigt werden, sollten in die optimale Produktionsreihenfolge eingeordnet werden. Dies kann auf Basis der Art und Menge der zugesetzten Farbstoffe und Pigmente geschehen. Auf diese



Weise kann selbst bei Fertigung von Spezialprodukten auf einen zusätzlichen Reinigungsschritt verzichtet werden. Bei sehr geringen Produktionsmengen setzt dies allerdings die Kalibrierung der Farbwertmessung voraus. Nur so kann eine Aufteilung des Verschnitts erfolgen.

Für eine Reduzierung der Herstellkosten müssen u.a. folgende Aspekte betrachtet werden:

1) Materialkosten

Wie oben beschrieben, kann durch eine geschickte Produktionsplanung der Reinigungsaufwand minimiert werden. Dadurch werden ebenfalls die Material- und Entsorgungskosten für die eingesetzten Reinigungsmittel gesenkt.

2) Personalkosten

Durch die Umstellung auf eine kontinuierliche Produktion auf einer automatisierten Anlage fallen viele manuelle Prozessschritte weg. Allerdings bedarf die Mikrokontiproduktion weiterhin der Erstellung von Farbformulierungen. Diese sollten trotz kontinuierlicher Produktion während der normalen Betriebszeiten hergestellt werden. Sonst sind Zuschläge für Nacht- bzw. Wochenendarbeit erforderlich.

3) Lagerkosten

Die Produktionsplanung kann durch eine geschickte Wahl der Produktionsreihenfolge zu einer Minimierung des Lagerbestandes führen. Dazu ist eine auf die Produktion stark abgestimmte An- und Ablieferung von Nöten. Dabei muss eine Abwägung zwischen den gesenkten Lagerkosten und den damit verbundenen erhöhten Kosten im Einkauf aufgrund einer erhöhten Vorgangszahl geschehen.

4) Standzeiten und Rüstkosten

Eine Reduzierung der Standzeiten und Rüstkosten ist direkt mit den oben angeführten Maßnahmen zur Reduzierung des Reinigungsaufwandes verbunden.

Unter Beachtung der oben genannten Ziele ist zur Definition der optimalen Kampagnenlänge damit eine simultane Losgrößen- und Reihenfolgeplanung durchzuführen. Aufgrund der vielen zu beachtenden Parameter und möglichen Optimierungsziele werden solche Problemstellungen derzeit noch stark beforscht. Es wurde daher beschlossen, für die Schreibfarben das Modell des Economic Lot Scheduling Problem (ELSP) anzuwenden. Dieses nimmt einen statischen Nachfrageverlauf an. Die Lösung des ELSP ist daher ein zyklischer Plan, der die Losgrößen und Reihenfolge festlegt. Für die Schreibfarbenproduktion wurden drei Lösungsansätze herangezogen. Dazu gehören die unabhängige Lösung als untere Schranke, der Ansatz des gemeinsamen Produktzyklus sowie der Ansatz der gemeinsamen Basisperiode. In MS Excel konnte auf diese Weise jeweils die optimale Zykluslänge als Faktor der Lagerkosten und Rüstkosten unter Einbezug der Fertigungs- und Absatzgeschwindigkeit bestimmt werden. Außerdem wurden die Kosten pro Zeiteinheit sowie die Netto- und Bruttoauslastung (Nettoauslastung plus Rüstzeit) berechnet. Dabei ergab einzig der Ansatz des gemeinsamen Produktzyklus eine gültige Lösung. Die Produktionsanlage steht bei dieser Lösung während eines Zyklus nur an 1,3 Tagen still.



4.11. Automatisierung der Versuchsanlage

Die Mikrokontianlage wurde nach dem Mischerscreening automatisiert. Dazu wurde auf Basis der Software LabVIEW eine Ablaufsteuerung programmiert. Zu Beginn der Produktion müssen lediglich die Produktionszeit (wahlweise die Produktionsmenge) der zu produzierenden Farben sowie die Reihenfolge vom Anlagenbediener auf der Bedieneroberfläche eingetragen werden. Auf Basis der hinterlegten Ventil- und Pumpensteuerung werden diese sodann automatisch hintereinander hergestellt. Außerdem werden zwischen den einzelnen Farbproduktionsschritten automatisch Reinigungsvorgänge gestartet. Darüber hinaus kann der Anlagenbediener neben einer automatisierten auch eine manuelle Betriebsweise wählen. Die Bedieneroberfläche der Produktionssteuerung ist in Abbildung 21 gezeigt.

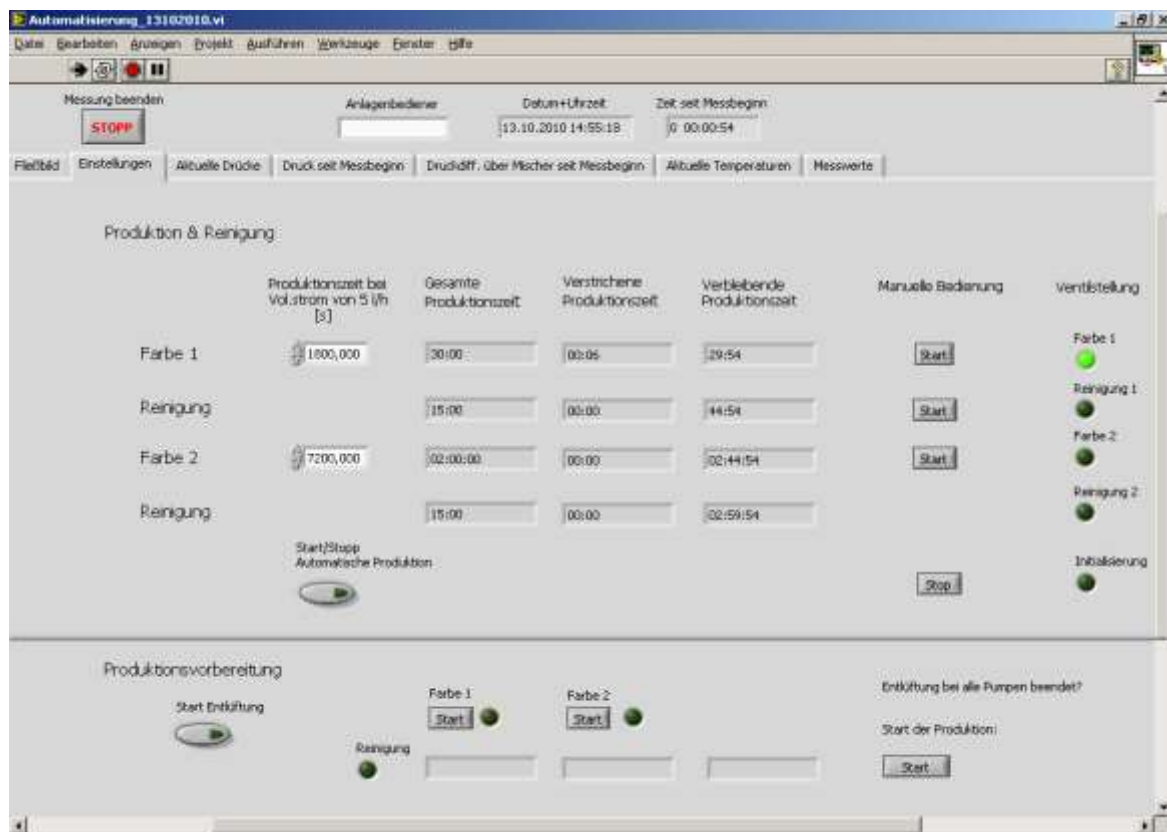


Abbildung 21: Bedieneroberfläche zur Produktionsüberwachung

Während der Produktion können anhand eines Fließbildes die Werte an den einzelnen Messstellen verfolgt werden. Die gemessenen Drücke und Temperaturen werden zusätzlich in einzelnen Diagrammen aufgezeichnet. Zudem werden die Messwerte vom Programm in eine Excel-Datei geschrieben und gespeichert.

Zum Schutz einzelner Anlagekomponenten wurden zusätzliche Sensoren eingebaut. Die Messwerte an diesen Sensoren werden bei jeder Datenabfrage mit in der Software hinterlegten Grenzwerten verglichen. Bei Überschreitung des Grenzwertes erfolgt eine automatische

Notabschaltung. Dazu gehört eine automatische Abschaltung bei erhöhtem Druck (> 17 bar), der zu einem Pumpenschaden sowie zum Platzen der Schläuche und damit zum Farbaustritt führen könnte. Außerdem kann durch in den Pumpenzulaufleitungen installierten Sensoren ein Trockenlaufen der Pumpen verhindert werden.

Auf Basis dieser Automatisierungssoftware konnte ein automatischer Produktwechsel erfolgreich durchgeführt werden.

4.12. Implementierungsstudie am Standort Pelikan

Nachdem die technische Machbarkeit der kontinuierlichen Schreibfarbenproduktion demonstriert worden war, wurde mit der Implementierungsstudie bei Pelikan begonnen. Zunächst erfolgte die Konzeptionierung der Anlage für den Produktionsmaßstab. Dazu wurden auf Basis der während der Laboruntersuchungen gewonnenen Erkenntnisse ein Fließschema sowie eine Liste aller benötigten Komponenten aufgestellt. Danach konnten die Investitionen sowie erwarteten Betriebskosten aufgelistet werden. Das Ingenieurbüro IPRO Industrieprojekt GmbH, Braunschweig, wurde bei der Implementierungsstudie eingebunden. Es entwickelte u.a. den in Abbildung 22 dargestellten Aufstellungsplan.



Abbildung 22: Aufstellungsplan der Produktionsanlage am Standort Peine

In Zusammenarbeit mit der IPRO wurde zudem wurde ein Mess-, Steuer- und Regelungskonzept für eine kontinuierliche Rund-um-die-Uhr Produktion entwickelt. Für einen automatisierten Prozess ist ein Prozessleitsystem mit Bedieneroberfläche aufzusetzen. Wie bei der Laboranlage soll eine Auswahl zwischen einem automatischen und einem manuellen



Modus ermöglicht werden. Zur Kontrolle der Produktion und Reinigungszyklen sowie zur Steuerung der Ventile bei Produktumstellungen soll ein in-line Farbwertmesssystem implementiert werden. Das Farbmesssystem muss vor der ersten Produktion zunächst mit allen Farben kalibriert werden. Darüber hinaus sind Durchflussregler, Überdruckventile, Füllstands-, Druck- und Temperatursensoren sowie Sensoren zur Vermeidung eines Pumpentrockenlaufs einzubauen. Geeignete Grenzwerte sowie entsprechende Alarmlösungen und Aktionen sind festzulegen und in der Ablaufsteuerung zu hinterlegen. Dazu gehören zu hohe oder zu niedrige Drücke und Temperaturen, abweichende Farbwerte, abweichende Füllstände, Ausfall von Komponenten, etc. Zudem ist eine Überlaufwanne zu installieren. Da die Produktionsanlage auch nachts durchgängig produzieren soll, ist ein Verantwortlicher zu benennen, der bei schwerwiegenden Produktionsstörungen zum Standort kommt und die Produktion ggf. stoppt.

Darüber hinaus sind einige interne Kommunikations- und Arbeitsabläufe an eine kontinuierliche Produktion anzupassen. Dies betrifft z.B. die kontinuierliche Bereitstellung von Edukten.

4.13. Numerische Strömungssimulation von Strömung und Mischung

Im Rahmen dieses Projektes wurden umfangreiche experimentelle Arbeiten zur Rezepturadaption sowie zum Mischen in Mikrokomponenten durchgeführt. Diese waren nötig, da auf Basis des bisherigen Batchprozesses keine Informationen in Bezug auf günstige Mischreihenfolgen und die mindestens benötigte Mischenergie zur Verfügung standen. Vielmehr wurden die Prozessparameter an die Produktion in Batchkesseln angepasst.

Zudem wurde eine ausführliche ökologische Prozessbewertung inklusive der Betrachtung von Vorketten und Entsorgungsstufen durchgeführt. Diese Betrachtung erwies sich als sehr vielversprechend, da im Gegensatz zu dem geplanten, rein auf den Prozess fokussierten Vergleich auch der Einfluss der Anlagenbereitstellung untersucht werden konnte. Insbesondere die Datensammlung für alle eingesetzten Stoffe und Materialien beider Anlagenalternativen war sehr zeitintensiv.

Aufgrund dieser umfangreichen Arbeiten konnten numerische Strömungssimulationen im Berichtszeitraum nicht durchgeführt werden. Im Projekt 'Neue Wege in der Darstellung organischer Halbleitermaterialien' (AZ 25671-31) wurden allerdings zwei der in diesem Projekt eingesetzten Mikromischer mittels numerischer Simulation auf ihre Mischgüte untersucht. Die Ergebnisse für den LTF Mischer zeigen dabei eine gute Korrelation zu den in diesem Projekt erzielten experimentellen Ergebnissen. So konnten in den Schikanen Zonen mit einer sehr geringen Strömungsgeschwindigkeit identifiziert werden. Dort basiert die Vermischung lediglich auf Diffusion und wird nicht durch konvektive Effekte unterstützt. Damit können die in Kapitel 4.5 beschriebenen, wahrscheinlich durch Agglomeratbildung verursachten Druckschwankungen sowie die in Abbildung 8 dargestellten Verunreinigungen erklärt werden.

4.14. Ökologische Bewertung der beiden Prozessvarianten

Zur Quantifizierung des Umwelteinflusses beider Prozessalternativen wurde eine ökologische Bewertung durchgeführt. Beide Prozesse wurden dazu zunächst in der Software



Sabento, später in Umberto der ifu Hamburg GmbH modelliert. Die Software erlaubt die Analyse von Material- und Stoffflüssen hinsichtlich ihrer Umweltwirkungen. Dabei wurde eine jährliche Produktionskapazität von 30 t/a angenommen. Die Anlagenlebensdauer wurde bei beiden Varianten auf 20 Jahre festgelegt.

Mit Hilfe der Software wurde ein vereinfachter Prozessvergleich durchgeführt. Im Gegensatz zu einer vollständigen Ökobilanz wurden die Vorketten aller Edukte außer Wasser, Glycerin und den Reinigungsmitteln nicht berücksichtigt, da keine Informationen bezüglich der genauen Inhaltsstoffe vorlagen. Dasselbe gilt für die Produktionsprozesse der einzelnen Anlagekomponenten. Bei diesen wurden lediglich die Vorketten der eingesetzten Materialmengen betrachtet. Außerdem wurde keine Veränderung der Transportstrecke oder –frequenz angenommen.

Für den Batchbetrieb wurden die Daten anhand des derzeitigen Prozesses bei einer Ansatzgröße von 1000 l aufgenommen. Während der Produktion werden zwei Vormischungen in zwei separaten Kesseln hergestellt, die danach miteinander vermischt werden. Zur Ausbildung des Farbkomplexes wird die Mischung erhitzt und bei Reaktionstemperatur für eine bestimmte Zeit gehalten. Nachdem die Mischung auf Raumtemperatur abgekühlt ist, wird ein Nachbehandlungsschritt durchgeführt. Schließlich wird die Farbe in Zwischenbehälter abgefüllt. Zur Kesselreinigung werden durchschnittlich 1,5 m³ Wasser sowie je 1 l Ethanol und Natriumcarbonatlösung pro Kessel eingesetzt.

Die Modellierung für den kontinuierlichen Prozess erfolgte auf Basis von Datensätzen für die Laboranlage, die auf den Maßstab der projektierten Anlage extrapoliert wurden. Im Gegensatz zum Batchbetrieb sind zumindest zwei Kessel für die Vormischung und Vorlage der Farbstofflösungen vorzusehen, um einen Produktwechsel zu ermöglichen. Einer der Kessel wird zur Produktion verwendet, während in dem anderen die nächste Farbformischung produziert oder gelagert wird. Nach der Produktion werden ein Vorlagekessel sowie die kontinuierlich durchflossene Anlage gereinigt.

Im ersten Schritt wurde der reine Farbherstellungsprozess in Sabento modelliert. Das Programm erlaubt eine Prozessbewertung auf Basis einer Umweltbewertungszahl sowie des Energieindices, d.h. der benötigten Energiemenge pro kg Produkt. Die Ergebnisse für den Basisfall, bei dem der Kessel mit 1,5 m³ Wasser sowie die kontinuierlich durchflossene Anlage mit 10 l Ethylenglykol und 12,5 l Wasser gereinigt werden, sind in Tabelle 4 aufgeführt.

Im zweiten Schritt wurden die beiden Modelle um die Vorketten und Entsorgungsstufen erweitert, um den Einfluss von Rezepturänderungen bei der Umstellung, der Anlagekomponenten sowie der Gestaltung des Reinigungszyklus auf die ökologische Prozessbewertung zu untersuchen. Das in Umberto erstellte Hauptnetz ist in Abbildung 23 dargestellt. Als Bewertungsmodelle wurden der Eco-indicator 99 sowie die CML-Methode eingesetzt, die Daten für die Vorketten der Materialien und Utilities entstammen der Datenbank Ecoinvent 2.2.

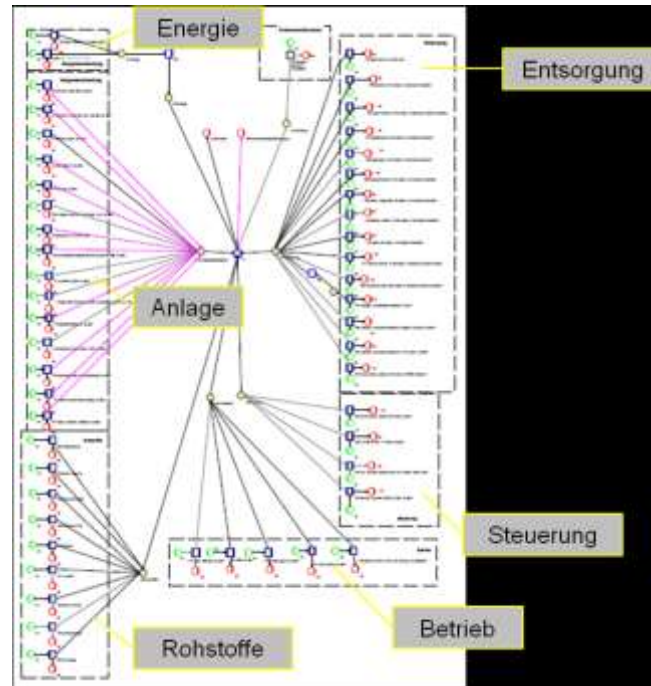


Abbildung 23: In Umberto erstelltes Hauptnetz für den Batchprozess

In Tabelle 4 sind auszugsweise die Ergebnisse des Eco-Indicator 99 für den Basisfall aufgeführt. Dabei ist zu beachten, dass nicht alle Vorketten betrachtet werden konnten. Würde z.B. die energieintensive Produktion des Bindemittels, der Farbstoffe und Pigmente mit einbezogen, so würden sich wesentlich höhere Werte ergeben. Die Ergebnisse sind daher nur für den Prozessvergleich zwischen den beiden Anlagenalternativen gültig.

Tabelle 4: Ergebnisse des vereinfachten Prozessvergleichs für den Basisfall

	Batchprozess	Mikrokonti- Prozess	Veränderung in Bezug zum Batchprozess [%]
Umweltbewertungszahl (Sabento) [UBZ/ kg Produkt]	1,14	1,09	-4
Energieindex (Sabento) [kJ/ kgProdukt]	473,5	63,82	-85
Schadenspunkte (Eco-Indicator 99) [Punkte/kg Produkt]	0,073	0,055	-25

Bei allen Bewertungsmethoden zeigt sich, dass der Mikrokontiprozess im Vergleich zum Batchprozess ökologisch vorteilhaft ist. Er ist deutlich energieeffizienter. So reduziert sich der Energieindex um 85 %, was hauptsächlich durch die Wärmeintegration mittels Mikrowärmeübertrager bewirkt wird. Außerdem werden wesentlich geringere Abfallströme produziert. Auch unter Einbezug der Vorketten und Entsorgungsstufen zeigt die Bewertung mittels Eco-



Indicator 99, dass der Mikrokontiprozess trotz der aufwendigeren Anlagenkomponenten ökologisch vorteilhaft ist.

Im Rahmen von Fallstudien wurden die Ergebnisse der Reinigungs- und Produktwechselversuche mit betrachtet. Bei Einhaltung der Mindestproduktionsmenge sowie der optimalen Reihenfolge bzw. unter Nutzung eines on-line Farbmesssystems kann die Reinigungsfrequenz auf ein Mal pro Woche reduziert werden. Zudem muss bei Einsatz eines Hochdruckreinigers deutlich weniger Abwasser zur Kesselreinigung eingesetzt werden. Trotz zusätzlichem Energieverbrauch führt dies zu einer weiteren Minimierung der Umweltbelastung.

Auf der anderen Seite kann auch das Batchverfahren optimiert werden. So ist z.B. der Einsatz eines Wärmespeichers denkbar. Auch in diesem Fall kann ein Hochdruckgerät zur Kesselreinigung eingesetzt werden.

4.15. Vorgehensweise zur Übertragung von Prozessen von Batch nach Mikrokonti

Die Umstellung von diskontinuierlichen Herstellungsverfahren auf eine kontinuierliche Fertigung unter Nutzung mikroverfahrenstechnischer Komponenten stellt eine Möglichkeit der Prozessintensivierung dar. Neben der Miniaturisierung können darüber hinaus neuartige Lösungsmittel wie ionische Flüssigkeiten, strukturierte Katalysatoren und Trägermaterialien, neue Energieformen sowie Produktionsprozesse wie z.B. reaktive Trennverfahren zur Prozessintensivierung genutzt werden [11].

Die Haupttreiber zur Implementierung der unterschiedlichen Prozessintensivierungsmethoden auf Seiten der Prozessbetreiber werden in der 'European Roadmap for Process Intensification' aufgeführt [12]. Danach haben die erhöhte Selektivität von Reaktionen, die Nachhaltigkeit, die Durchlaufzeit sowie die Wettbewerbsfähigkeit in Bezug auf Kosten die höchste Bedeutung für die pharmazeutische Industrie sowie Feinchemikalienhersteller. Daneben wird die Energieeinsparung als weiteres Ziel genannt. Außerdem müssen die Mindestanforderungen an Sicherheit und Verlässlichkeit erfüllt werden.

Im Folgenden wird eine Vorgehensweise zur Übertragung von Prozessen von Batch nach Mikrokonti beschrieben.

Zunächst sollte eine Laborstudie mit kontinuierlich durchflossenen Mikrokomponenten durchgeführt werden, um zu evaluieren, welche der oben genannten Ziele zu welchem Grad erfüllt werden kann. Dabei ist es wichtig, den traditionellen Herstellungsprozess im Hinblick auf die Rezepturen und Prozessbedingungen zu hinterfragen. Oftmals wurden die Prozesse über Jahrzehnte an die Produktion in Batchkesseln angepasst. Bei der batchweisen Herstellung von Schreibfarben wurden beispielsweise Additive und Stabilisatoren hinzugefügt, um die Stabilität des Bindemittels zu erhöhen und auf diese Weise eine gute Produktqualität zu erzielen.

Bei der Übertragung auf kontinuierlich arbeitende Produktionsanlagen ergeben sich jedoch im Hinblick auf die Parameter Verweilzeit, Druck und Temperatur neue Möglichkeiten. So können die Parameter und das Komponentendesign an die Erfordernisse eines bestimmten Prozesses angepasst werden. Häufig werden deutlich aggressivere Bedingungen als im



Batch gewählt [13]. Bei den Schreibfarben konnte durch geschickte Wahl der eingesetzten Mikrokomponenten auf den Zusatz der Additive und Stabilisatoren verzichtet werden. Aufgrund der geringen Transportwege wurde außerdem die Verweilzeit von mehreren Stunden auf wenige Minuten verkürzt. Durch die neuen Prozessfenster können darüber hinaus eine Erhöhung der Raum-Zeit-Ausbeute sowie der Reinheit erzielt werden wie Illg et al. [14] und Hessel [15] anführen. Weiterhin kann bei höheren Konzentrationen der Reaktanden oder sogar ganz lösemittelfrei gearbeitet werden. Außerdem konnten kryogene Prozessbedingungen durch den Einsatz von Mikrokomponenten vermieden werden, was sowohl zu einer Verringerung des technischen Aufwandes sowie der benötigten Prozessenergie führt.

Während der Laborstudie sollten alle Stoffdaten aufgenommen sowie geeignete mikro- oder millistrukturierte Komponenten ausgewählt bzw. entwickelt werden. Gegebenenfalls können Strömungssimulationen Hinweise auf wichtige Designkriterien geben. Eine Laboranlage ist aufzubauen, geeignete Sensoren zur Charakterisierung einzelner Komponenten sind zu implementieren. Darüber hinaus sollten die Anlagenreinigung sowie bei Mehrproduktanlagen die Produktionsplanung Gegenstand der Untersuchungen sein.

Die Laborstudie sollte bereits von einer wirtschaftlichen und ökologischen Bewertung begleitet werden. Auch wenn die zur Verfügung stehende Datenmenge sowie Datenqualität zu Beginn eines Projektes noch recht gering sind, können wertvolle Hinweise auf lohnende Forschungsrichtungen im Projekt abgeleitet werden. Zudem kann evaluiert werden, ob der neu entwickelte Prozess technisch, ökologisch und ökonomisch vorteilhaft gegenüber dem traditionellen Herstellungsprozess ist. Auf Basis dieser Bewertung kann über die Fortführung des Projektes entschieden werden.

Fällt die Entscheidung positiv aus, kann eine Pilotanlage projektiert werden. Diese kann je nach Scale-Up Faktor entweder für einen mittleren oder bereits für den angestrebtem Produktionsvolumenstrom entworfen werden. Dazu müssen Scale-Up Kriterien für die Mikrokomponenten aufgestellt werden. Die Produktion sollte bei Produktionsbedingungen dann auf die erzielte Produktqualität, die Funktion aller Komponenten sowie auf Langzeitstabilität hin überprüft werden. In der Feinchemie kann die Mikrokontianlage der erste kontinuierlich betriebene Prozess am Standort sein. Daher ist die Anlage im Rahmen einer Implementierungsstudie in die technische und organisatorische Infrastruktur einzubinden. Möglicherweise müssen Sicherheitsbestimmungen an die geänderte Betriebsweise angepasst werden. Wird zunächst eine Anlage bei einem mittleren Produktionsvolumenstrom betrieben, können die gewonnen Erkenntnisse in die technische und ökologische Bewertung einfließen.

Grundsätzlich kann eine Vielzahl von Prozessen von einer Umstellung auf die kontinuierliche Betriebsweise profitieren. So veröffentlichte beispielsweise die Lonza AG, Visp, Schweiz, Ergebnisse, nach denen 50 % ihrer Prozesse durch eine solche Umstellung verbessert werden könnten [16].

Als Grenzkriterium ist jedoch ein zu hoher Anteil von Feststoffen an der Rezeptur zu nennen. Liegen Edukte als Feststoffe vor, müssen sie in den flüssigen Edukten vorgelöst bzw. dispergiert werden. Nur so können sie dem Prozess kontinuierlich zugeführt werden. Dies ist nicht möglich, wenn der Anteil der partikelförmigen Edukte einen bestimmten Wert über-



steigt, so dass die Vormischungen nicht mehr stabil sind bzw. die Löslichkeitsgrenze überschritten wird. Bei den Farben war der Anteil der zugegebenen pulverförmigen Pigmente und Farbstoffe gering genug, als dass sie in den flüssigen Komponenten vorgelöst werden konnten. Auch der Feststoffanteil des Bindemittels stellte sich als unproblematisch heraus.

Eine Umstellung kann sich bei Prozessen mit Feststoffen als Zielprodukt schwierig gestalten. Solche Prozesse treten insbesondere in der Pharmaindustrie auf. Für die kontinuierliche Verarbeitung ist es notwendig, dass die Feststoffe von den anderen Phasen abgetrennt werden können. Die Gestaltung von Separationsprozessen in mikrostrukturierten Komponenten ist derzeit noch Gegenstand der Forschung.

Edukte mit relativ hohen Viskositäten hingegen lassen sich vergleichsweise gut verarbeiten. Die Kanalgrößen sind den Viskositäten und maximal erlaubten Druckverlusten anzupassen. So setzt beispielsweise die Firma Lonza Komponenten mit internen Kanälen von 0,1-1,5 mm [17] und mit größeren Abmessungen erfolgreich ein. Für die Herstellung von Schreibfarben wurde ein hochenergetisch arbeitender Mischer ausgewählt. Dabei führte die Beschleunigung der Ströme in Düsen, das Aufeinanderprallen und die dadurch erzielte Turbulenz zu einer hohen Mischgüte.



5. Veröffentlichungen und Danksagung

Auf dem Process-Net Fachausschuss Kristallisation und Fluidverfahrenstechnik 2009 wurde ein Poster mit Ergebnissen aus dem Berichtszeitraum präsentiert [18]. Des Weiteren wurde auf der IMRET-11 in Kyoto [19] und auf der ProcessNet-Jahrestagung 2010 [20, 21] über das Projekt berichtet.

Außerdem wurde das Produktionsschema Mikrokonti sowie die erzielten Ergebnisse bei Umstellung im Rahmen des SusChem Workshops „Energieeffiziente Prozesse durch Mikroverfahrenstechnik“ [22], des Umberto User Workshops [23] und auf dem European Coatings Congress [24] vorgestellt.

Das Paper „Using ecological assessment during the conceptual design of chemical processes- a case study“ wird im Mai auf der LCE 2011 präsentiert [25]. Außerdem wird die ökologische und ökonomische Bewertung im Juli auf der ISIE 2011 veröffentlicht [26].

Innerhalb des Berichtszeitraums erfolgte außerdem eine Veröffentlichung in der Zeitschrift „Chemical Engineering & Technology“ [27]. Weitere Veröffentlichungen sind in Vorbereitung.

Innerhalb des Projektes wurden sechs Studienarbeiten [28–33] angefertigt. Allen studentischen Hilfskräften und Studienarbeitern sei an dieser Stelle herzlichst gedankt. Ohne ihre Mithilfe hätte die große Anzahl an Experimenten nicht durchgeführt werden können.



6. Literaturverzeichnis

- [1] R. M. Christie, R. R. Mather, R. H. Wardman, *The chemistry of colour application*, Blackwell Science, Oxford **2000**.
- [2] F. Billmeyer, M. Saltzman, *Grundlagen der Farbtechnologie*, Muster-Schmidt Verlag, Göttingen, Zürich **1993**.
- [3] H. Kittel, *Lehrbuch der Lacke und Beschichtungen; Bd. 3 Bindemittel für wasserverdünnbare Systeme/ Bd.-Hrsg. K.-D. Ledwoch; 2. erw. und Neubearb. Auflage*. S. Hirzel Verlag, Stuttgart, Leipzig **2001**.
- [4] W. Benzinger, U. Schygulla, M. Jäger, K. Schubert, *Anti fouling investigations with ultrasound in a microstructured heat exchanger*, in *Proceedings of the 6th International Conference on Heat Exchanger Fouling and Cleaning- Challenges and Opportunities* (Hrsg.: H. Müller-Steinhagen, M. R. Malayeri, P. Watkinson), Kloster Irsee **2005**.
- [5] N. Kockmann, T. Kiefer, M. Engler, P. Woias, *Sensors and Actuators B* **2006**, 117 (2), 495.
- [6] N. Kockmann, *Transport phenomena in micro process engineering*, Springer, Berlin Heidelberg New York **2008**.
- [7] L. Falk, J.-M. Commenge, *Chem. Eng. Sci.* **2010**, 65 (1), 405.
- [8] J. Brandner, M. Fichtner, U. Schygulla, K. Schubert, in *Proceedings of the 4th International Conference on Microreaction Technology* (Hrsg.: I. Rinard), Frankfurt **1999**.
- [9] D. I. Wilson, *Challenges in cleaning: Recent developments and future prospects*, in *Proceedings of the 5th Conference on Heat Exchanger Fouling and Cleaning- Fundamentals and Applications* (Hrsg.: P. Watkinson, H. Müller-Steinhagen, M. R. Malayeri), New Mexico **2004**.
- [10] G. Wildbrett, *Wirksamkeitsbestimmende Faktoren für die Reinigung*, in *Reinigung und Desinfektion in der Lebensmittelindustrie* (Hrsg.: H. Dürr et al.), B. Behr's Verlag GmbH & Co. KG, Hamburg **2006**.
- [11] ProcessNet Fachsektion Prozessintensivierung, *Prozessintensivierung - eine Standortbestimmung*. Online-Ressource: www.dechema.de/studien.html. **2008**.
- [12] *European Roadmap for Process Intensification*. Online-Ressource: www.senternovem.nl/mmfiles/Report%2520%2527European%2520Roadmap%2520for%2520Process%2520Intensification%2527_tcm24-258503_tcm24-271299.pdf
- [13] Kirschneck, D., R. Marr, *Chem. Ing. Tech.* **2006**, 78 (1-2), 29.
- [14] T. Illg, P. Löb, V. Hessel, *Bioorg. Med. Chem.* **2010**, 18 (11), 3707.
- [15] V. Hessel, *Chem. Eng. Technol.* **2009**, 32 (11), 1655.
- [16] D. M. Roberge et al., *Chem. Eng. Technol.* **2005**, 28 (3), 318.
- [17] N. Kockmann, M. Gottsponer, B. Zimmermann, D. M. Roberge, *Chemistry* **2008**, 14 (25), 7470.



Veröffentlichungen des geförderten Projektes:

- [18] L. Grundemann, N. Fischer, S. Scholl, *Prozessintensivierung durch Mikroverfahrenstechnik am Beispiel einer Tintenherstellung*, Jahrestreffen der ProcessNet-Fachausschüsse "Kristallisation" und "Fluidverfahrenstechnik", Dortmund **2009**.
- [19] L. Grundemann, N. Fischer, S. Scholl, *Transferring macro batch to micro conti processes – an environmental friendlier production scheme for writing ink*, Proceedings of the 11th International Conference on Microreaction Technology (IMRET 11), Kyoto, Japan **2010**.
- [20] L. Grundemann, N. Fischer, S. Scholl, *Von Makro-Batch zu Mikro-Konti: Neue Prozessfenster für bessere Produkte und nachhaltige Verfahren*, ProcessNet Jahrestagung und 28. DECHEMA Jahrestagung der Biotechnologen, Aachen **2010**.
- [21] L. Grundemann, S. Scholl, *Mehrproduktfertigung in Mikro-Konti Anlagen: Erhöhte Wirtschaftlichkeit durch optimierte Kampagnenplanung*, ProcessNet Jahrestagung und 28. DECHEMA Jahrestagung der Biotechnologen, Aachen **2010**.
- [22] L. Grundemann, S. Scholl, *Energieeffizientere Prozesse durch Mikrokontiproduktion*, SusChem Workshop „Energieeffiziente Prozesse durch Mikroverfahrenstechnik“, Frankfurt **2010**.
- [23] L. Grundemann, S. Scholl, *Using environmental assessment during process design: micro-conti processes vs. macro batch processes*, Umberto User Workshop, Hamburg **2010**.
- [24] L. Grundemann, S. Scholl, *Increasing resource efficiency by transferring batch to continuous processes*, European Coatings Congress, Nürnberg **2011**.
- [25] L. Grundemann, J. Kuschnerow, T. Brinkmann, S. Scholl, *Using ecological assessment during the conceptual design phase of chemical processes – a case study*, 18th CIRP International Conference on Life Cycle Engineering (LCE 2011), Braunschweig, Germany **2011**.
- [26] L. Grundemann, S. Scholl, *From macro batch to micro conti manufacturing: a novel path to eco-efficient chemical processes*, 6th International Conference of the International Society for Industrial Ecology (ISIE 2011), Berkeley, USA **2011**.
- [27] L. Grundemann, N. Fischer, S. Scholl, *Chem. Eng. Technol.* **2009**, 32 (11), 1748.

Studienarbeiten des geförderten Projektes:

- [28] A. Hartmann, *Kontinuierliche Farbenherstellung mittels Mikroverfahrenstechnik*, *Diplomarbeit*, Technische Universität Braunschweig **2007**.
- [29] L. Grundemann, *Kontinuierliche Herstellung dispersionsbasierter Schreibfarben mittels Mikroverfahrenstechnik*, *Diplomarbeit*, Technische Universität Braunschweig **2008**.
- [30] S. Buhlmann, *Eignung unterschiedlicher Mischprinzipien zur mikroverfahrenstechnischen Herstellung von Tinten*, *Diplomarbeit*, Technische Universität Braunschweig **2008**.



- [31] V. Gonschorowski, Produktwechselstrategien und Kampagnenplanung für die Herstellung von Schreibfarben auf einer Mehrproduktanlage, *Studienarbeit*, Technische Universität Braunschweig **2009**.
- [32] M. Mogalle, Fouling- und Reinigungsverhalten von Schreibfarben, *Studienarbeit*, Technische Universität Braunschweig **2009**.
- [33] R. Sass, Bewertung der ökologischen und ökonomischen Potentiale bei der Umstellung eines Farbherstellungsprozesses, *Diplomarbeit*, Technische Universität Braunschweig **2009**.