

An die  
Deutsche Bundesstiftung Umwelt  
An der Bornau 2



**49090 Osnabrück**

## **Abschlussbericht**

von

Vanessa Gall (LVT)

Dr. Peter Prochnow (ACMOS)

Prof. Dr.-Ing. Heike Karbstein (LVT)

Dr. Holger Klyszcz-Nasko (ACMOS)

Uwe Kroll (ACMOS)

Bernd Perplies (ACMOS)

Linus Kluge (ACMOS)

Heinz Eggersglüß (UTEC)

Aktenzeichen 2991402-21/2	Bewilligungsempfänger <b>ACMOS CHEMIE KG</b> Industriestr. 49 28199 Bremen	
Projekttitle Technische Umsetzung innovativer Ideen zur Stoff- und Energieersparnis beim Schmelzemulgieren von Trennmitteln		
Projektbeginn 01.07.2016	Projektlaufzeit bis 31.08.2019	Berichtszeitraum 01.07.2016 - 31.08.2019

**Projektkennblatt**  
der  
**Deutschen Bundesstiftung Umwelt**



Az.	<b>29914/02</b>	Referat	<b>21/2</b>	Fördersumme	<b>ACMOS 100.000 € LVT 250.586 €</b>
-----	-----------------	---------	-------------	-------------	--

**Antragstitel** Technische Umsetzung innovativer Ideen zur Energieersparnis beim Schmelzemulgieren von Trennmitteln

**Stichworte** Verfahren, Emulgiertechnik, Emulsionsherstellung, Emulsion, Kunststoff, Trennmittel

Laufzeit	Projektbeginn	Projektende	Projektphase(n)
<b>38 Monate</b>	<b>01.07.2016</b>	<b>31.08.2019</b>	<b>2</b>

Zwischenberichte: alle 6 Monate Kurzbericht

**Bewilligungsempfänger** **ACMOS CHEMIE KG**  
Industriestr. 49  
28199 Bremen

Tel. **0421/5189-0**  
Fax 0421/511415

Projektleitung  
Hr. Dr. Klyszcz-Nasko

Bearbeiter  
Hr. Dr. Prochnow

**Kooperationspartner**

- Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Bereich Lebensmittelverfahrenstechnik (LVT)

**Unterauftragnehmer**

- Bremer Energieberatungsunternehmen UTEC GmbH

**Zielsetzung und Anlass des Vorhabens**

Bei der Formgebung von Kunststoffbauteilen werden die Formwerkzeuge zur einwandfreien Entformung der Formbauteile sehr häufig mit einem Trennmitteln versehen. Wässrige Trennmittelemlusionen bestehen meist aus Aktivstoffen, z.B. Silikone, Fette und/oder Wachse mit Wasser als Trägermedium. Zusätzlich enthalten solche Emulsionen notwendiger Weise Emulgatoren, welche oft gesundheitsschädlich und/oder umweltgefährlich sind.

Die wässrigen Formulierungen werden vielfach, so auch bei ACMOS, mit Hilfe des energieaufwendigen Phaseninversionstemperaturverfahrens (PIT-Verfahren) hergestellt. Dazu wird zunächst der Aktivstoff zusammen mit den Emulgatoren aufgeschmolzen. Umweltbelastende Lösungsmittelbestandteile helfen die Schmelztemperatur zu reduzieren aber auch die Trennmittelperformance zu steigern. Ein Wasseranteil muss zudem erhitzt werden, um eine vorzeitige Erstarrung der aufgeschmolzenen Aktivstoffe während des Emulgierprozesses zu verhindern. Der fertige Ansatz muss nach dem Emulgierprozess zur Sicherstellung einer einheitlichen Produktstabilität und -qualität vor der Abfüllung mittels einer energieaufwändigen Kältetechnik wieder herunter gekühlt werden. Zur Herstellung von Emulsionen werden also trennaktive Rohstoffe, z.T. umweltbelastende Emulgatoren und Lösungsmittel sowie eine große Menge an Energie für das Aufschmelzen und das spätere Abkühlen benötigt.

Im Zuge des von der DBU geförderten Vorprojektes „Innovative Ideen zur Energieersparnis beim Schmelzemulgieren von Trennmitteln (Az. 29914-21/2)“ konnte mit Hilfe der am Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Bereich Lebensmittelverfahrenstechnik (LVT), entwickelten simultanen Emulgier- und Mischblende (SEM-Blende) anhand einer kleinen Laboranlage ausgewählte Trennmittelemlusionen hergestellt werden. Diese Herstellungsmethode ist deutlich energieeffizienter und damit umweltfreundlicher. Der ermittelte Energieverbrauch des neuen Herstellungsprozesses lag ca. 30% unter dem Energiebedarf eines PIT-Verfahrens. In Technikums- und Feldversuchen wurde die

technische Verwendbarkeit der über das neue Herstellungsverfahren erzeugten Trennmittel positiv geprüft.

In diesem hier zusammen mit dem KIT als Kooperationspartner beantragten Folgeprojekt „Technische Umsetzung von innovativen Ideen zur Stoff- und Energieersparnis beim Schmelzemulgieren von Trennmitteln“ wurde die produktionstechnische Umsetzbarkeit anhand einer größeren Pilotanlage (Upscaling) aufgezeigt. Die hierfür verwendete Pilotanlage wurde schon im Vorprojekt konzeptioniert und kann erheblich größere Mengen (<100 kg) an Trennmittlemulsionen herstellen als es mit der ursprünglichen Laboranlage (<5 kg) gelang.

Zusätzlich wurde untersucht, ob sich die Einsatzmenge der umweltentlastenden Emulgator- und Lösungsmittelbestandteilen in Emulsionen reduzieren lassen. Dies konnte im Zuge des nur einjährigen Vorprojektes nicht untersucht werden. In Technikums- und Feldversuchen wurde die technische Verwendbarkeit der über das neue Herstellungsverfahren erzeugten Trennmittel, auch mit reduziertem Emulgator- und Lösungsmittelgehalt positiv geprüft.

Eine erneute Ökobilanzierung konnte aufzeigen, dass sich auch größere, großvolumigen Produktionsmengen mit Hilfe der SEM-Technologie mit knapp 30% geringen Energiebedarf herstellen lassen.

Die erfolgreiche Realisierung dieses Projektes ist ein gutes Beispiel für eine nachhaltige Produktionsweise und einen produktionsintegrierten Umweltschutz, da sie zum einen durch weniger Energieeinsatz den CO<sub>2</sub>-Ausstoss senken hilft, die Umwelt durch reduzierten Einsatz von umweltbelastenden Rohstoffen schont und zum anderen hilft, Produktions- und Rohstoffkosten zu senken und damit die Wettbewerbsfähigkeit von ACMOS mit seinem deutschen Produktionsstandort zu erhöhen.

## **Darstellung der Arbeitsschritte und der angewandten Methoden**

Folgende Fragen und Themen konnten im Rahmen des gemeinsamen Projektes erfolgreich bearbeitet werden:

- Bau der geplanten SEM-Pilotanlage am KIT mit einer möglichen Produktionsmengenkapazität von bis zu 100 kg/Tag sowie Bau der geplanten SEM-Laboranlage bei ACMOS mit einer möglichen Mustermengenkapazität von bis zu 10 kg/Tag.
- Übertragbarkeit der Produktion von Trennmittlemulsionen mit Hilfe der SEM-Blende anhand der KIT-Pilotanlage am Beispiel der aus dem Vorprojekt verwendeten Beispielrezepturen (Upscaling bis zu 100 kg Produktionsmenge). Die Qualität und Stabilität der mit der Pilotanlage hergestellten Trennmittlemulsionen entsprach dabei der Qualität und Stabilität von Trennmittlemulsionen aus dem PIT-Verfahren.
- In Technikums- und Feldversuchen wurde durch ACMOS die technische Verwendbarkeit der über das neue Herstellungsverfahren erzeugten Trennmittel bei den Endverbrauchern unter deren Produktionsbedingungen geprüft. Die Performance der mit der Pilotanlage hergestellten SEM-Trennmittlemulsionen entsprach der Performance von hergestellten Serien-Emulsionen aus dem PIT-Verfahren.
- Die neue Art der Herstellung von Trennmittlemulsionen mit Hilfe der SEM-Blende führt, auch im großtechnischen Maßstab zu einem verglichen mit dem PIT-Verfahren um knapp 30% reduzierten Gesamtenergieverbrauch. Dieses Ergebnis wurde durch das Bremer Energieberatungsunternehmen UTEC GmbH als Unterauftragnehmer ermittelt. Es wurden alle Schritte der Emulsionsfertigung mittels SEM-Blende untersucht, die jeweiligen Energieverbräuche erfasst und mit dem Energieverbrauch des PIT-Verfahrens verglichen.
- Auf Grundlage der mit der KIT-Pilotanlage gewonnen Prozesskenntnisse wurden weitere Versuche bei ACMOS zwecks Verringerung der umweltbelastenden Anteile an Emulgator und Lösungsmittel in Trennmittlemulsionen durch Verwendung der SEM-Technologie durchgeführt. Dies geschah mit Hilfe einer Laboranlage bei ACMOS. Dabei galt es die Performance und Lagerstabilität des Endproduktes im Vergleich zu den Produkten aus dem PIT-Verfahren zu erhalten. Es können aufgrund der verwendeten

limitierten Regeltechnik immerhin bis zu max. 10% Lösungsmittel in Trennmittlemulsionen reproduzierbar eingespart werden. Es gelang zusätzlich die Einsatzmenge der Emulgatorkomponente um max. 10% zu reduzieren. Jedoch zeigten diese Emulsionen eine schwankende Langzeit-Stabilität. Der Grund der Schwankung bleibt bis jetzt unbekannt. Es ließen sich aber auch mit dem PIT-Verfahren langzeitlagerstabile und in ACMOS-Technikumsversuchen gut trennende Emulsionen herstellen, bei denen die Lösungsmittelmenge um 10% oder zusätzlich die Emulgatormenge um ebenfalls 10% reduziert werden konnte.

- Es wurden am KIT größere Mengen von Lösungsmittel- und Emulgator-reduzierten Trennmittlemulsionen für Technikums- und Feldversuchen hergestellt. Von ACMOS wurde die technische Verwendbarkeit der über das neue Herstellungsverfahren erzeugten Trennmittel bei den Endverbrauchern unter deren Produktionsbedingungen positiv geprüft.
- Upscaling der SEM-Blende für eine, später von ACMOS zu planenden und zu bauenden, große Produktionsanlage mit einer Kapazität von 4-8 Tonnen/Tag.
- Durchführung einer Kosten-Nutzen-Nachhaltigkeitsanalyse für eine später von ACMOS zu planender und zu bauender Produktionsanlage: Kalkulation Anlagen- und Produktionskosten, Energieersparnis und Umweltentlastung (z.B. durch reduzierten Lösungsmittleinsatz)

## **Ergebnisse und Diskussion**

Es gelang in diesem Projekt einen neuen Emulgierprozess zu etablieren, der sowohl effizienter als auch umweltfreundlicher ist. Das Projekt konnte erfolgreich beendet und wesentliche Erkenntnisse für den geplanten Bau einer Produktionsanlage bei ACMOS gesammelt werden.

Das Projekt bewies, dass die SEM-Technologie generell geeignet ist, im großtechnischen Maßstab Trennmittel herzustellen. Die hergestellten Produkte zeigten in den Anwendungstest vergleichbare Resultate mit denen über das bei ACMOS etablierte PIT-Verfahren.

Es konnte die aus dem Vorprojekt ermittelte Energieersparnis von ca. 30% der SEM-Technologie bestätigt werden.

Mittels dieser neuen Technologie ließen sich zudem, analog zum PIT-Verfahren, jeweils bis zu 10% an Emulgator- und Lösungsmittel ressourcen- und damit umweltschonend einsparen. Die Einsparungen könnten unter Verwendung einer anderen Regeltechnik u.U. noch höher ausfallen, jedoch leidet schon bei 10% Emulgator-Reduktion die Prozess-Reproduzierbarkeit und Langzeitstabilität.

Das Verfahren ist prinzipiell nicht nur auf die Herstellung von Trennmitteln beschränkt. So werden jährlich allein in Deutschland ca. 1.000.000 t an Wachs- und Paraffinemulsionen hergestellt. Für dessen Herstellung müsste jedoch die einzusetzende Geometrie der SEM-Blende für die jeweilige Systeme u.U. angepasst werden.

## **Öffentlichkeitsarbeit und Präsentation**

Während der Projektlaufzeit wurden keine Veröffentlichungen publiziert oder Projektergebnisse auf Messen beworben. Im Rahmen des Projekts entstanden drei Bachelorarbeiten.

## **Fazit**

Das Projekt konnte sehr erfolgreich beendet werden und legt einen Grundstein für eine nachhaltige Umweltentlastung. Die erfolgreiche Realisierung dieses Projektes ist ein gutes Beispiel für produktionsintegrierten Umweltschutz in einem Industriebereich der Kunststoffverarbeitung, wo dies bislang nur in einzelnen Segmenten möglich ist.



<b>Inhaltsverzeichnis</b>	<b>Seite</b>
<b>Verzeichnis von Bildern und Tabellen</b>	<b>6</b>
<b>Verzeichnis von Begriffen, Abkürzungen und Definitionen</b>	<b>9</b>
<b>Zusammenfassung</b>	<b>11</b>
<b>Einleitung</b>	<b>13</b>
<b>Hauptteil: Ergebnisse Arbeitspakete</b>	<b>20</b>
<b>Fazit und Ausblick</b>	<b>52</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>53</b>

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1	Trennmittelapplikation (links) auf einer Form, Kunststoffeintragung (mittig) und Entformung nach der Aushärtung des Kunststoffes (rechts)	13
Abbildung 2	Grundprinzip des Schmelzemulgierprozesses	15
Abbildung 3	Beispiele für Rotor-Stator-Maschinen	15
Abbildung 4	Prinzip eines Hochdruckhomogenisators; Beispiele für Dispergiereinheiten	16
Abbildung 5	SEM-Technologie [Köhler et al., 2007; Köhler et al., 2008; Köhler, 2010]. Farben charakterisieren Strömungsgeschwindigkeit (blau – langsam, rot – schnell)	17
Abbildung 6	Mögliche Betriebsweisen der SEM-Blende [Köhler 2007; Köhler 2008; Köhler 2010]	17
Abbildung 7	Prinzip der Dispergiereinheit beim „Hot-in-Cold“-Verfahren: In der Nachlaufströmung der Blende ist die Temperatur so niedrig, dass Tropfen schnell erstarren und so zusätzlich stabilisiert werden können.	18
Abbildung 8	Partikelgrößenverteilung bei der Herstellung einer originalen Trennmittel-Suspension mit dem SEM-Hot-in-Cold-Verfahren im einstufigen und zweistufigen Betrieb in Vergleich zum konventionellen PIT-Verfahren.	19
Abbildung 9	Anlagenskizze der SEM-Pilotanlage	22
Abbildung 10	Krypolarisationsmikroskop mit Heiz- und Kühltisch (LVT)	24
Abbildung 11	Einfluss des Prozessdruckes auf die Partikelgrößenverteilung der Trennmittlemulsion (37-5045-33)	25
Abbildung 12	Struktur der hergestellten Trennmittlemulsion im Vergleich zu einer Modellemulsion mit rein kristalliner Phase (Hexadekan)	25
Abbildung 13	Einfluss des Dispersphasenanteils und der Nachkühlung auf Produktstruktur der Rezeptur 37-5504-33	26
Abbildung 14	Strukturänderung der Trennmittlemulsion 37-5045-33 während der Abkühlung (Abkühlungsrate 5 K/min)	27
Abbildung 15	Strukturänderung der Trennmittlemulsion 37-5045-33 während der Abkühlung in Abhängigkeit der Abkühlungsrate	28
Abbildung 16	Abkühlungsvarianten zur Nachbehandlung der mit der Pilotanlage hergestellten Produkte	29
Abbildung 17	Einfluss der Nachbehandlung auf die Partikelgröße bei 200	29

	bar (links) und 800 bar (rechts) Prozessdruck (37-5504-33)	
Abbildung 18	Einfluss des Prozessdrucks auf Produktstruktur der Rezeptur 37-5504-33 bei Abkühlvariante C	30
Abbildung 19	Einfluss der Temperatur des Blendenstroms auf die Produktstruktur der Rezeptur 37-5504-33	31
Abbildung 20	Kühlschlange zur kontinuierlichen Abkühlung der Trennmittlemulsionen (Variante D)	31
Abbildung 21	Reduktion der Partikelgröße bei Nachschaltung einer kontinuierlichen Kühlung Partikelgrößenverteilung der Rezeptur 37-5045-33 unter Variation des Energieeintrags des Ultraturax beim PIT-Verfahren	32
Abbildung 22	Partikelgrößenverteilung der Rezeptur 37-5045-33 unter Variation des Energieeintrags des Ultraturax beim PIT-Verfahren	33
Abbildung 23	Viskosität der Rezeptur 37-5045-33 unter Variation des Energieeintrags des Ultraturax beim PIT-Verfahren	33
Abbildung 24	Pilotanlage nach Einbau eines zweiten Reaktionskessels	35
Abbildung 25	Skizze der verwendeten Blende mit Gegendruckbohrung (links) und ohne Gegendruckbohrung (rechts)	36
Abbildung 26	Partikelgrößenverteilung bei Verwendung einer einfachen SEM-Lochblende ohne GGD-Bohrung (Rezeptur 37-5504-33)	37
Abbildung 27	Strukturveränderung einer um 50 % Lösemittelreduzierten Trennmittlemulsion 37-5045-33 bei verschiedenen Abkühlkinetiken	39
Abbildung 28	Strukturveränderung einer um 25% Lösemittelreduzierten Trennmittlemulsion 37-5045-33 bei verschiedenen Abkühlkinetiken	40
Abbildung 29	Partikelgrößenverteilung bei Reduktion des Lösemittelanteils um 75 %	40
Abbildung 30	Einfluss des Prozessdruckes auf die Partikelgröße der Trennmittlemulsion (37-5045-39)	42
Abbildung 31	Skizze einer Mehrlochblende mit fünf Lochblenden	45
Abbildung 32	Prinzip der SEM-Blende mit kontinuierlicher Additivierung	45
Abbildung 33	Einsparungen des SEM-Blendenverfahrens gegenüber PIT-Verfahren	47
Abbildung 34	Energieträgeraufteilung der Verfahren	48
Abbildung 35	Prognose der relativen Einsparung des SEM-Blenden- gegenüber PIT-Verfahren von Endenergie, Primärenergie und CO <sub>2</sub> -Emission 2017 bis 2030	51

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 1	Viskositäten und pH-Werte von verschiedenen Emulsionsansätzen des Produktes 37-5045-33	34
Tabelle 2	Abschätzung der benötigten Durchmesser für upgescalte Lochblenden	44
Tabelle 3	Endenergiebedarf der beiden Produktionsverfahren	47
Tabelle 4	Energie- und CO <sub>2</sub> -Bilanzen des PIT- und SEM-Verfahrens	47
Tabelle 5	Energiebedarfsprognose mit Energie- und CO <sub>2</sub> Bilanz bei einem angepassten Behälter	49
Tabelle 6	Energiebedarfsprognose mit Energie- und CO <sub>2</sub> -Bilanz mit einem Pumpendruck von 400 bar	50
Tabelle 7	KEV und THG-Emissionen von Strom für 2020 bis 2050 (Quelle: HEA - Fachgemeinschaft für effiziente Energieanwendung e.V.)	51
Tabelle 8	Entwicklung des spez. Energiebedarfes und der CO <sub>2</sub> -Emission des PIT- und SEM-Verfahrens 2017 bis 2030	51

## Alphabetisches Verzeichnis der verwendeten Begriffe, Abkürzungen und Definitionen

AP	Arbeitspaket
AiF	Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen
Az.	Aktenzeichen
bzw.	beziehungsweise
°C	Grad Celsius
ca.	zirka
CO <sub>2</sub>	Kohlendioxid
cP	Centiposie
DBU	Deutsche Bundesstiftung Umwelt
d.h.	das heißt
€	Euro
FuE	Forschung und Entwicklung
Gew.%	Gewichtsprozent
ggf.	gegebenenfalls
GmbH	Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Hr.	Herr
h	Stunde
i.d.R.	in der Regel
inkl.	inklusive
K	Kelvin
KEV	Kumulierter Energieverbrauch
KG	Kommanditgesellschaft
kg	Kilogramm
KIT	Karlsruher Institut für Technologie
kW	Kilowatt
kWh	Kilowattstunde
L	Liter
LVT	Bereich Lebensmittelverfahrenstechnik des Instituts für Bio- und Lebensmitteltechnik des Karlsruher Instituts für Technologie
max.	maximal
min	Minuten
min.	minimal
m/s	Meter pro Sekunde
O/W	Öl-in-Wasser-Emulsion
p	Druck
$\Delta p_B$	Druckdifferenz Blendenstrom
$\Delta p_M$	Druckdifferenz Mischstrom
$P_{\text{Umgebung}}$	Umgebungsdruck
PIT	Phaseninversionstemperatur
$\Delta p_M$	Druckdifferenz Mischstrom
Prozessopt.	Prozessoptimierung
PUR	Polyurethan
SEM	Simultanes Emulgieren und Mischen
s.o.	siehe oben
t	Tonnen
T	Temperatur
THG	Treibhausgasemissionen
$T_S$	Schmelztemperatur
$T_{\text{Misch}}$	Temperatur des Mischstroms
Tel.	Telefonnummer
$T_{\text{Misch}}$	Mischtemperatur
$T_S$	Temperatur der dispersen Phase (Schmelzen)
u.a.	unter anderem

usw.	und so weiter
u.U.	unter Umständen
$\dot{V}_B$	Volumenstrom Blende
$\dot{V}_M$	Volumenstrom Mischstrom
VOC	volatile organic compounds (flüchtige organische Substanzen)
W/O	Wasser-in-Öl-Emulsion
z.B.	zum Beispiel
z.T.	zum Teil
z.Z.	zurzeit
%	Prozent

## Zusammenfassung

Bei der Formgebung von Kunststoffbauteilen werden die Formwerkzeuge zur einwandfreien Entformung der Formbauteile sehr häufig mit einem Trennmitteln versehen. Wässrige Trennmittlemulsionen bestehen meist aus Aktivstoffen, z.B. Silikone, Fette und/oder Wachse mit Wasser als Trägermedium. Zusätzlich enthalten solche Emulsionen notwendiger Weise Emulgatoren, welche oft gesundheitsschädlich und/oder umweltgefährlich sind.

Die wässrigen Formulierungen werden vielfach, so auch bei ACMOS, mit Hilfe des energieaufwendigen Phaseninversionstemperaturverfahrens (PIT-Verfahren) hergestellt. Dazu wird zunächst der Aktivstoff zusammen mit den Emulgatoren aufgeschmolzen. Umweltbelastende Lösungsmittelbestandteile helfen die Schmelztemperatur zu reduzieren aber auch die Trennmittelperformance zu steigern. Ein Wasseranteil muss zudem erhitzt werden, um eine vorzeitige Erstarrung der aufgeschmolzenen Aktivstoffe während des Emulgierprozesses zu verhindern. Der fertige Ansatz muss nach dem Emulgierprozess zur Sicherstellung einer einheitlichen Produktstabilität und -qualität vor der Abfüllung mittels einer energieaufwändigen Kältetechnik wieder herunter gekühlt werden. Zur Herstellung von Emulsionen werden also trennaktive Rohstoffe, z.T. umweltbelastende Emulgatoren und Lösungsmittel sowie eine große Menge an Energie für das Aufschmelzen und das spätere Abkühlen benötigt.

Im Zuge des von der DBU geförderten Vorprojektes „Innovative Ideen zur Energieersparnis beim Schmelzemulgieren von Trennmitteln (Az. 29914-21/2)“ konnte mit Hilfe der am Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Bereich Lebensmittelverfahrenstechnik (LVT), entwickelten simultanen Emulgier- und Mischblende (SEM-Blende) anhand einer kleinen Laboranlage ausgewählte Trennmittlemulsionen hergestellt werden. Diese Herstellungsmethode ist deutlich energieeffizienter und damit umweltfreundlicher. Der ermittelte Energieverbrauch des neuen Herstellungsprozesses lag ca. 30% unter dem Energiebedarf eines PIT-Verfahrens. In Technikums- und Feldversuchen wurde die technische Verwendbarkeit der über das neue Herstellungsverfahren erzeugten Trennmittel positiv geprüft.

Ziel dieses beantragten Projektes war es, die produktionstechnische Umsetzbarkeit der SEM-Technologie anhand einer größeren Pilotanlage mit SEM-Blende am LVT zu ermitteln. Zusätzlich sollte mittels einer kleinen Laboranlage bei ACMOS geprüft werden, ob sich mittels der SEM-Technologie die Einsatzmengen an umweltbelastenden Emulgator- und Lösungsmittelbestandteilen, reduzieren lassen. Dies konnte im Zuge des nur einjährigen Vorprojektes nicht geprüft werden.

Der Lösungsansatz zur Realisierung des Projektziels lag im Bau einer SEM-Pilotanlage, welche schon im Vorprojekt geplant wurde. Mit deren Hilfe konnten die aus dem Vorprojekt bekannten Modell-Trennmittelrezepturen in einem größeren Maßstab gefertigt werden. Dadurch wurden Langzeit-Feldversuche ermöglicht, um das Langzeitverhalten (z.B. zeitliche Veränderung der Trennwirkung, Formenaufbau) der mit dieser neuen Technologie hergestellten Trennmittlemulsionen zu untersuchen und mit der Performance der nach dem PIT-Verfahren hergestellten seriellen Trennmitteln zu vergleichen. Das Projekt bewies, dass die SEM-Technologie geeignet ist im großtechnischen Maßstab Trennmittel herzustellen. Die hergestellten Produkte zeigten in den Anwendungstest vergleichbare Resultate wie über das bei ACMOS etablierte PIT-Verfahren.

Zudem ergab das Projekt, dass sich sowohl mit Hilfe der PIT-, als auch mit der SEM-Technologie die Einsatzmenge an umweltbelastenden Lösungsmitteln und Emulgatoren um jeweils ca. 10% reduzieren lassen. Diese Emulsionen sind mit Einschränkungen Langezeitlagerstabil und unterscheiden sich in Ihrer Performance, getestet in ACMOS-Technikums- und Feldversuchen nicht von den PIT-Rezepturen ohne Reduktion der Lösungsmittel- oder

Emulgatormenge. Durch diesen Vermeidungseffekt werden nicht nur künftige Umweltauflagen unterschritten, sondern es werden darüber hinaus in den angestrebten Marktbereichen auch künftige Verschärfungen der Auflagen diese Fertigungsbereiche nicht gefährden.

Zecks Erstellung einer Ökobilanz war es notwendig, den aktuellen Stand des Gesamtenergieverbrauchs bei ACMOS etablierten PIT-Verfahrens zu erfassen und mit dem Verbrauch der SEM-Technologie, auch skaliert auf geplante größere Produktionsmengen, zu vergleichen. Diese Arbeiten wurden bei ACMOS zusammen mit den Antragstellern wieder durch das Bremer Energieberatungsunternehmen UTEC GmbH (im Unterauftrag) durchgeführt.

Die Umweltrelevanz beider Forschungsvorhaben wird am Beispiel der Herstellung einer Trennmittlemulsion für die Produktion von Polyurethan-Formteilen für die Automobilindustrie deutlich. Die Ökobilanzierung (siehe bitte Kapitel 5.1) sagt durch die Verwendung der zu SEM-Emulgiertechnik eine mögliche Reduktion des Energieverbrauchs von knapp 30% voraus.

Mit beiden DBU-Projekten, in denen ein alternatives Verfahren zur Emulsionsherstellung intensiv erforscht wurde, verbindet sich das Wissen von ACMOS über Einfluss und Bedeutung verschiedener Inhaltsstoffe in geeigneter Weise mit detaillierten Kenntnissen verschiedener Prozessvarianten des LVT.

Für ACMOS als marktführendes Unternehmen von Problemlösungen beim Einsatz von Trennmittelsystemen in der Kunststoffindustrie, soll im Anschluss an das Projekt dieser innovative Emulgierprozess weiter ausgebaut werden, um unter Beibehaltung der gegenwärtigen Wettbewerbsposition auch den zukünftigen ökologischen Anforderungen gerecht werden zu können. Grundsätzlich leistet das Projekt einen zusätzlichen Beitrag zum produktionsintegrierten Umweltschutz in einem bedeutenden Marktsegment der Kunststoffindustrie. Die Übertragung auf andere Anwendungsfälle (andere Kunststoffe im Formteilbereich) würde dieses Volumen noch erheblich erhöhen. Durch den angestrebten Verringerungseffekt beim Einsatz von Lösemitteln und Emulgatoren werden nicht nur künftige Auflagen über VOC-Richtlinie und TA-Luft unterschritten, sondern es werden darüber hinaus in den angestrebten Marktbereichen auch künftige Verschärfungen der Umweltauflagen diese Fertigungsbereiche nicht gefährdet.

Das Verfahren ist prinzipiell nicht nur auf die Herstellung von Trennmitteln beschränkt. So werden jährlich allein in Deutschland ca. 1.000.000 t an Wachs- und Paraffinemulsionen hergestellt. Für dessen Herstellung müsste jedoch die einzusetzende Geometrie der SEM-Blende für die jeweilige Systeme u.U. angepasst werden.

Die erfolgreiche Realisierung des Projektes ist ein gutes Beispiel für eine nachhaltige Produktionsweise und einen produktionsintegrierten Umweltschutz, da sie zum einen durch weniger Energieeinsatz den CO<sub>2</sub>-Ausstoss senken hilft, die Umwelt durch reduzierten Einsatz von umweltbelastenden Rohstoffen schont und zum anderen hilft, Produktions- und Rohstoffkosten zu senken und damit die Wettbewerbsfähigkeit von ACMOS mit seinem deutschen Produktionsstandort zu erhöhen.

## **Einleitung:** Kurze Beschreibung der Umweltproblematik, die mit dem Vorhaben gelöst werden sollte

Das Gießen in Formen ist heute eine Standardmethode zur industriellen Formgebung von Bauteilen und Formkörpern aus Werkstoffen, wie z.B. Metallen, Kunststoffen, Gummi oder Beton. Hierbei ist entscheidend, dass sich das Bauteil später problemlos aus der Form lösen lässt. Um dieses zu erreichen, müssen sehr häufig Trennmittel eingesetzt werden, welche es zusätzlich ermöglichen, die gewünschten Oberflächeneigenschaften der entformten Bauteile gezielt einzustellen.

Bei der Formgebung von Kunststoffteilen werden in der Großserienfertigung i.d.R. metallische Formen eingesetzt, die zur einwandfreien Entformung der Bauteile oftmals mit Trennmitteln versehen werden müssen [U96].

Ein bedeutendes Anwendungsbeispiel für versprühfähige Trennmittel ist die Polyurethanverarbeitung. Die Abbildung 1 zeigt einen Entformungsprozess nach Eintrennen der Form, dem Befüllen der Form mit Kunststoff (in diesem Fall Polyurethan, PUR) und dem Entnehmen des ausgehärteten Bauteils aus der Form.



**Abbildung 1: Trennmittelapplikation (links) auf einer Form, Kunststoffeintragung (mittig) und Entformung nach der Aushärtung des Kunststoffes (rechts)**

Konventionelle Trennmittelsysteme bestehen aus trennaktiven Aktivstoffen und einem Trägermedium, i.d.R. organischen Lösemitteln oder Wasser. Sie werden in Form von Lösungen oder Dispersionen üblicherweise auf die Oberfläche der Formteilwerkzeuge aufgesprüht [U96]. Nur mit dem Einsatz solcher Trennmittelsysteme können die Bauteile entformt und die gewünschten Oberflächeneigenschaften der entformten Teile (z.B. Farbe, Glanz, Haptik, Verklebbarkeit) eingestellt und reibungslose Produktionszyklen bei guten Werkzeugstandzeiten gewährleistet werden [KW99].

Wässrige Trennmittlemulsionen bestehen meist aus bis zu 10 Gew.% Aktivstoffen wie z.B. Silikone, Fette und/oder Wachse sowie Emulgatoren, die oft gesundheitsschädlich und/oder umweltgefährlich sind.

Emulsionen bestehen aus zwei nahezu ineinander unlöslichen flüssigen Phasen. Die innere, disperse Phase ist in Form von Tropfen in der äußeren kontinuierlichen Phase verteilt. Viele Eigenschaften einer Emulsion wie Farbe, Stabilität und Fließverhalten werden maßgeblich von der Grössenverteilung der Tropfen bestimmt.

Es gibt unterschiedlichste Verfahren, mit denen Emulsionen hergestellt werden können, die alle einem ähnlichen Grundprinzip folgen. Es werden zunächst alle beteiligten Komponenten gemischt indem die disperse Phase (Aktivstoffe und Emulgator) in die kontinuierliche Phase (Wasser) eingerührt wird. Die disperse Phase verteilt sich in Form großer Tropfen zu einer grobdispersen Voremulsion (Premix). Ist die disperse Phase bei Raumtemperatur fest, muss die Temperatur der Voremulsion oberhalb des Schmelzpunkts  $T_s$  liegen. Dazu wird das Wasser der kontinuierlichen Phase vor dem Mischungsschritt erwärmt.

Die wässrigen Trennmittel-Formulierungen werden häufig, so auch bei ACMOS, mit Hilfe des sehr energieaufwendigen Phaseninversionstemperaturverfahrens (PIT-Verfahren) hergestellt.

Alternativ zum Schmelzemulgieren lassen sich Emulsionen, allerdings noch energieaufwendiger, als Hochdruckemulsionen herstellen.

Beim PIT-Verfahren wird zunächst der Aktivstoff zusammen mit den Emulgatoren aufgeschmolzen. Umweltbelastende Lösungsmittelbestandteile helfen die Schmelztemperatur zu reduzieren (Steigerung der Energieeffizienz) und oftmals gleichzeitig die Trennmittelperformance zu steigern. Die zur Emulsionsherstellung nötige Wassermenge wird in zwei Teile geteilt. Der erste Wasseranteil muss (auf ca. 100°C) erhitzt werden, um eine vorzeitige Erstarrung der aufgeschmolzenen Aktivstoffe während des Emulgierprozesses zu verhindern. Erfahrungsgemäß muss entsprechend der Menge an Aktivstoffen und Emulgatoren ein mindestens 2-facher Überschuss an Heißwasser bereitgestellt werden. Zunächst bildet sich während der langsamen Zugabe des erhitzten Wasseranteils unter starkem Rühren (Dispergieren) mit einem Rotor-Stator-System eine Wasser-in-Öl-Emulsion (W/O-Emulsion). Durch den mechanischen Energieeintrag bei diesem Fein-Emulgierschritt werden die Emulsionstropfen sehr fein zerkleinert. Während der Zugabe der restlichen Heißwassermenge kommt es zur Phaseninversion, wodurch eine Öl-in-Wasser-Emulsion (O/W-Emulsion) entsteht. Nach Ende der Heißwasserzugabe beträgt die Temperatur ca. 90-95°C.

Nach langsamer Zugabe des zweiten (kalten) Wasseranteils beträgt die Temperatur der nun fertig ausgebildeten Emulsion immer noch ca. 50°C. Der fertige Ansatz muss abschließend für die Abfüllung und zur Sicherstellung einer einheitlichen Produktqualität und -stabilität mittels einer energieaufwändigen Kältetechnik auf min. 25°C herunter gekühlt werden.

Je geringer der Lösemittelanteil in der Schmelze ist, desto höher muss die Schmelztemperatur und der Heißwasseranteil gewählt werden. Ggf. muss sogar die gesamte Wassermenge erhitzt werden. Zur Herstellung von Emulsionen mit Hilfe des PIT-Verfahrens wird also eine große Menge an Energie für das Aufschmelzen und das spätere Abkühlen benötigt.

Im eigentlichen Emulgierschritt werden die Tropfen der Voremulsion nach der Phaseninversion durch Eintrag mechanischer Energie fein zerkleinert. Die neu entstandene Grenzfläche muss durch Adsorption von Emulgatormolekülen stabilisiert werden. Dabei entsteht die Feinemulsion.

Das Emulgierergebnis bzw. die Tropfengrößenverteilung der Feinemulsion wird einerseits durch die eingetragene Energie pro Volumen und andererseits durch die Eigenschaften des Emulgators bestimmt. Je schneller die Emulgatormoleküle an der Grenzfläche adsorbieren, desto eher wird verhindert, dass neu entstandene Tropfen wieder zusammenfließen (koaleszieren) und desto besser wird das Emulgierergebnis.

Beim Schmelzemulgieren wird die Emulsion anschließend wieder abgekühlt. Die verwendeten Emulgatoren müssen sowohl in der Lage sein, die Emulsionstropfen gegen Koaleszenz zu stabilisieren als auch Aggregation Tropfen in der Dispersion zu verhindern.

Der Einsatz von Emulgatoren ist zwar technisch notwendig, belastet aber häufig Mensch und Umwelt. Insbesondere kationische Emulgatorsysteme sind meist stark wassergefährdend und mit akuter und chronischer aquatischer Toxizität gekennzeichnet. Müssen aus technischen Gründen solche Emulgatorsysteme eingesetzt werden, muss sowohl der Hersteller als auch der Verwender Bestimmungen z.B. des Wasserhaushaltsgesetz, des Gefahrgutrecht und die Störfallverordnung berücksichtigen.

Aber auch alternative Emulgatorsysteme haben weitreichende Nachteile. So gelten z.B. viele nicht-ionische Emulgatoren als Rohstoff sehr häufig als stark-Augenreizend. Bei der Produktion von solchen Emulsionen müssen daher Arbeitsschutzmaßnahmen ergriffen werden, um die Produktionsmitarbeiter nicht zu gefährden.

Der Gesamtenergieaufwand für den Schmelzemulgierprozess unterteilt sich streng genommen in mechanische Energie, die für den Tropfenaufbruch benötigt wird und die Energie, die für das Erwärmen bzw. Abkühlen der Emulsion benötigt wird. Gemessen an der benötigten Energiemenge für das Aufschmelzen und Kühlen ist die mechanische Energie beim PIT-Verfahren vernachlässigbar.

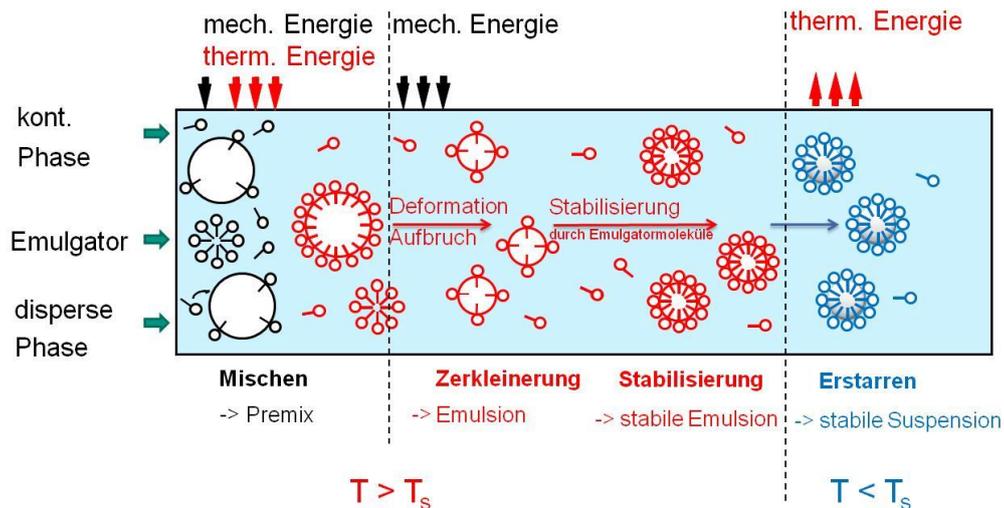


Abbildung 2: Grundprinzip des Schmelzemulgiervorganges

Für den Feinemulgierschritt können unterschiedliche Apparate eingesetzt werden. Am weitesten verbreitet sind Rotor-Stator-Maschinen (RSM, siehe Abbildung 3) und Hochdruckhomogenisatoren (HDH, siehe Abbildung 4). Ein kurzer Überblick über verschiedene Emulgiervorgänge ist beispielsweise bei [Frank und Schuchmann, 2008] zu finden, ausführlichere Informationen bietet das Lehrbuch Emulgiertechnik von K. Köhler und H.P. Schuchmann (Hrsg.), erschienen 2012 im Behrs' Verlag.

In Rotor-Stator-Maschinen wird die für den Tropfenaufbruch benötigte Strömung zwischen unbeweglichen und rotierenden Teilen erzeugt. Zu den Rotor-Stator-Maschinen zählen sowohl einfache Rührbehälter als auch Systeme, bei denen die Form von Rotor und Stator geometrisch genau aufeinander abgestimmt sind, um eine definierte Strömung zu erzeugen.

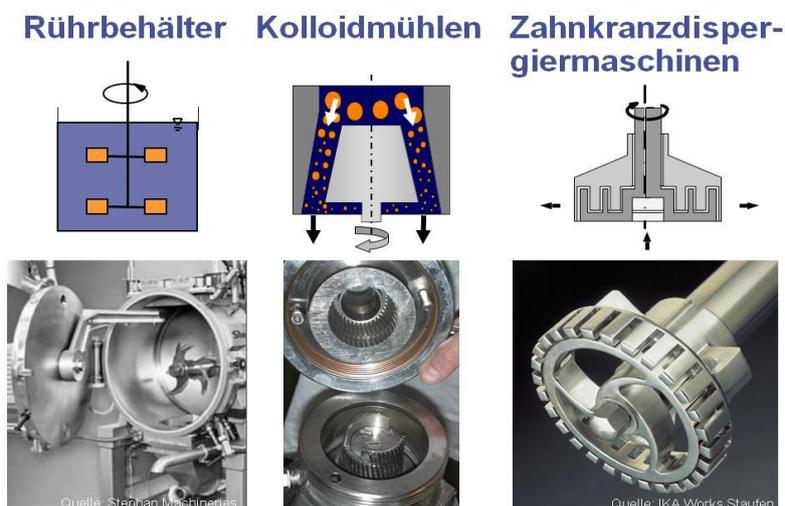


Abbildung 3: Beispiele für Rotor-Stator-Maschinen

Ein Hochdruckhomogenisator besteht im Wesentlichen aus einer Hochdruckpumpe, die eine Voremulsion auf den gewünschten Homogenisierdruck verdichtet, und einer Zerkleinerungseinheit, in der die Emulsion schlagartig entspannt und dabei die Tropfen aufgebrochen werden. Im Vergleich zu Rotor-Stator-Maschinen werden höhere Leistungseinträge bei gleichzeitig kurzen Verweilzeiten erreicht. Dadurch können insbesondere in Emulsionen mit niedriger Viskosität sehr kleine Tropfen und enge

Tropfengrößenverteilungen erzeugt werden [Karbstein, 1994]. Die Investitionskosten für Hochdruckhomogenisatoren sind allerdings deutlich höher.

Je nach Anwendung können unterschiedliche Zerkleinerungseinheiten eingesetzt werden. Allen Zerkleinerungseinheiten ist gemeinsam, dass die Voremulsion in einer Verjüngung auf Geschwindigkeiten bis zu mehreren 100 m/s beschleunigt wird. Dadurch bilden sich extreme Strömungsverhältnisse aus, die einen effizienten Tropfenabruch bewirken. Die einfachste Bauform, in der Tropfen effizient zerkleinert werden können, ist eine Lochblende [Stang, 1998]. Die Tropfenzerkleinerung in Lochblenden und modifizierten Bauformen wurde an der LVT intensiv untersucht [Tesch et al., 2002; Aguilar et al., 2004; Freudig und Tesch, 2005; Aguilar et al., 2008].

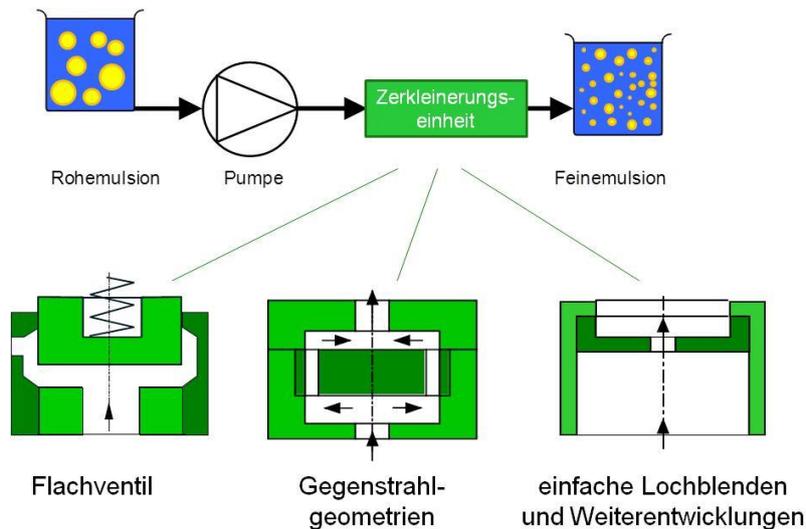


Abbildung 4: Prinzip eines Hochdruckhomogenisators; Beispiele für Dispergiereinheiten

In sehr vielen Produktbereichen, bei denen das Thema der Entformbarkeit wichtig ist, hat die Fa. AC MOS KG in der Vergangenheit kontinuierlich FuE-Arbeiten durchgeführt.

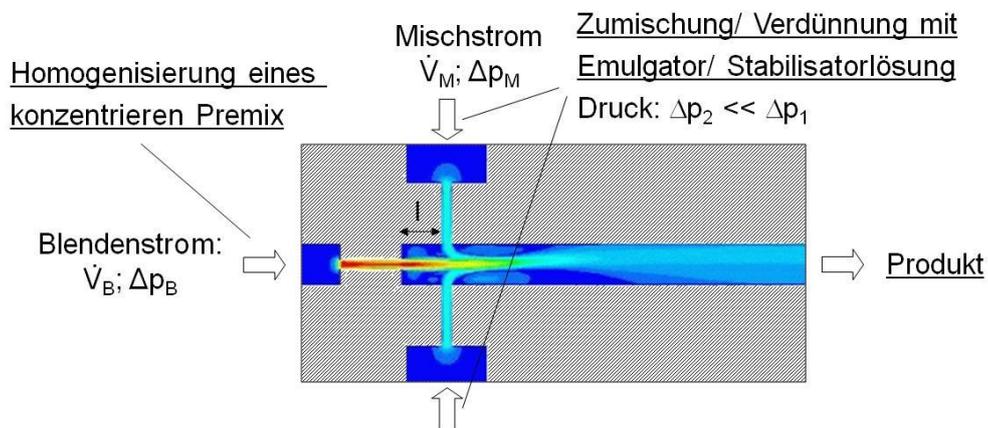
Die Firma verfügt über langjährige Erfahrungen in der Trennmittelentwicklung und -herstellung und ist immer bestrebt, alternative energieeinsparende und damit für die Umwelt nachhaltige Emulgiertechniken zu entwickeln und auf Anwendbarkeit bei der Herstellung von Trennmittel zu überprüfen.

### SEM-Technologie

Das Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Bereich Bio- und Lebensmitteltechnik (LVT) als Kooperationspartner beschäftigt sich schon seit Jahren mit neuartigen Emulgierprozessen. Deshalb wurde es für die Entwicklung eines neuartigen Emulgierprozesses zur Trennmittelherstellung wieder mit einbezogen.

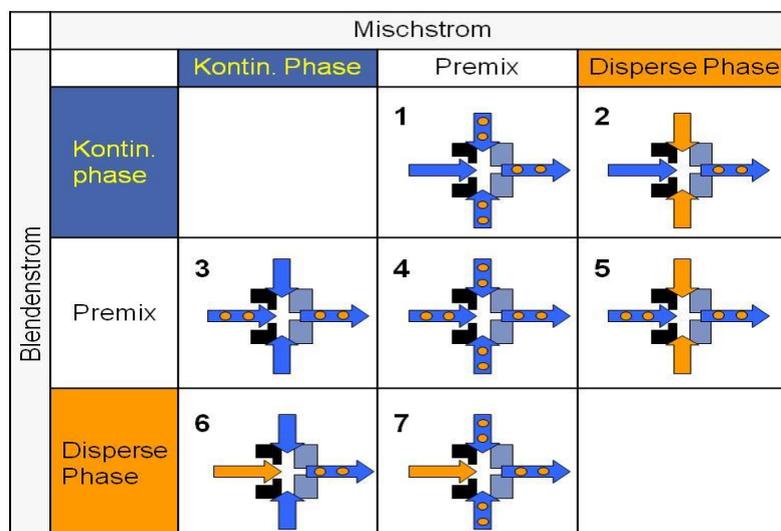
Eine Besonderheit ist, die am LVT entwickelte **Simultane Emulgier- und Mischblende (SEM-Blende)** für Hochdruckhomogenisatoren. Bei dieser Dispergiereinheit handelt es sich um eine Kombination aus einer einfachen Lochblende und einer nachgeschalteten Mischkammer (Abbildung 5). Sie eignet sich besonders für Teilstromhomogenisierverfahren, wie sie z.B. in der Milchindustrie etabliert sind [Kessler2002]. Bei der Milchverarbeitung wird eine aufkonzentrierte Voremulsion (Rahm), die nahezu die gesamte disperse Phase enthält, auf den gewünschten Homogenisierdruck verdichtet und durch die Blende gefördert (Blendenstrom). Unmittelbar nach Verlassen der Blendenbohrung wird die konzentrierte Emulsion mit kontinuierlicher Phase bzw. Emulgatorlösung (Magermilch) vermischt. Wird Milch bzw. Rahm mit erhöhtem Fettgehalt homogenisiert, und der Fettgehalt anschließend mit Magermilch eingestellt, kann dadurch bis zu 90% der mechanischen Energie eingespart werden [Köhler2010]. Dieses Verfahren hat im Fall des Schmelzemulgierens zusätzlich den

Vorteil, dass nur der Teilstrom, der die disperse Phase enthält, auf Temperaturen oberhalb des Schmelzpunkts zu erwärmen ist, was in weiteren thermischen Energieersparnissen resultiert.



**Abbildung 5: SEM-Technologie [Köhler et al., 2007; Köhler et al., 2008; Köhler, 2010]. Farben charakterisieren Strömungsgeschwindigkeit (blau – langsam, rot – schnell)**

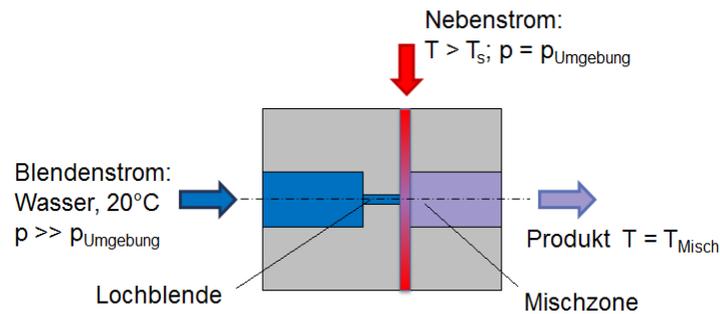
Die SEM-Technologie bietet nicht nur die Möglichkeit der Teilstromhomogenisierung, bei der eine aufkonzentrierte Voremulsion durch die Blende gefördert und anschließend verdünnt wird. Da die Tropfen erst im Nachlauf der Blende zerkleinert werden, kann die Voremulsion auch über den Mischstrom zugegeben werden. Das ist immer dann von Vorteil, wenn man vermeiden möchte, abrasive oder zum Verkleben neigende Substanzen durch die Hochdruckpumpe und die Lochblende zu fördern.



**Abbildung 6: Mögliche Betriebsweisen der SEM-Blende [Köhler 2007; Köhler 2008; Köhler 2010]**

Disperse und kontinuierliche Phase können der SEM-Blende auch getrennt zugeführt werden, ohne dass vorher ein Premix hergestellt wird. Für den Schmelzemulgierprozess bedeutet das, dass die reine disperse Phase erwärmt und in der Mischzone hinter der Blende mit kalter kontinuierlicher Phase vermischt werden kann. Alle möglichen Betriebsweisen einer SEM-Blende sind in Abbildung 6 dargestellt.

Erstarren die Wachs- bzw. Fetttropfen in einem Schmelzemulgierprozess unmittelbar nach dem Tropfenaufbruch wieder, kann das zudem eine Qualitätsverbesserung bedeuten. Dieser Prozess wird „Hot-in-Cold“-Verfahren genannt (siehe Abbildung 7).



**Abbildung 7: Prinzip der Dispergierereinheit beim „Hot-in-Cold“-Verfahren: In der Nachlaufströmung der Blende ist die Temperatur so niedrig, dass Tropfen schnell erstarren und so zusätzlich stabilisiert werden können.**

Um zu verhindern, dass die noch flüssigen Tropfen wieder koaleszieren, müssen auch beim konventionellen Schmelzemulgieren Emulgatoren eingesetzt werden. Auf solche Zusatzstoffe kann bei der Verwendung der SEM-Technologie zumindest teilweise verzichtet werden. Dies liegt daran, dass die Mischzone stabile Emulsionstropfen bilden, bevor sie koaleszieren können. Man ersetzt damit eine chemische Stabilisierung durch Emulgatoren durch eine physikalische Stabilisierung über einen Phasenübergang. Die Machbarkeit wurde von der LVT bereits anhand anderer Produkte erfolgreich getestet [Köhler und Schuchmann, 2011]. Damit besteht auch bei der Trennmittelherstellung die Möglichkeit auf umweltbelastende Emulgatoren zumindest teilweise verzichten zu können.

Wie schon oben erwähnt, werden bei der Herstellung von Trennmitteln häufig Lösungsmittel der dispersen Phase zugefügt, um die Schmelztemperatur zu reduzieren. Darüber hinaus wird ein Wasseranteil der kontinuierlichen Phase erhitzt, um eine vorzeitige Erstarrung der aufgeschmolzenen Aktivstoffe während des Emulgierprozesses zu verhindern. Wird die disperse Phase aber im „Hot-in-Cold“-Verfahren direkt über den Nebenstrom in die Mischzone eingebracht, könnte u.U. über eine etwas höhere Schmelztemperatur auf einen Teil des umweltbelastenden Lösungsmittels verzichtet werden.

### Ergebnisse des Vorgängerprojektes

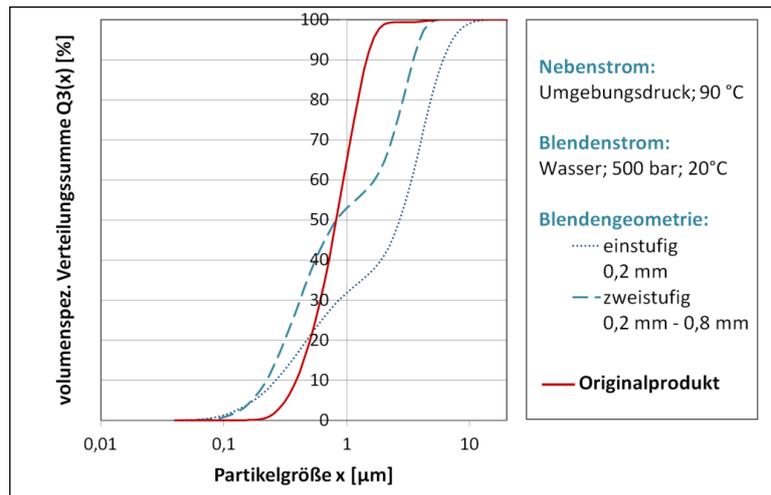
Im Zuge des von der DBU geförderten Vorprojektes „Innovative Ideen zur Energieersparnis beim Schmelzemulgieren von Trennmitteln (AZ 29914-21/2)“ konnte anhand einer kleinen Laboranlage mit SEM-Blende am LVT ausgewählte Trennmittlemulsionen sowohl mit verbesserten Eigenschaften als auch ein energieeffizienterer und damit umweltfreundlicher Herstellungsprozess entwickelt werden.

Zunächst wurde die im etablierten PIT-Verfahren (Batch-Betrieb) benötigte Energiemenge zusammen mit dem Energieberatungsunternehmen UTEC GmbH (im Unterauftrag) erfasst. Dabei wurde der Einfluss verschiedener Prozessparameter, wie z.B. die Variation der verwendeten Heißwassermenge, untersucht. In diesem Projekt konnte für ein ausgewähltes Modellsystem allein durch Modifikation des Herstellungsprozesses der Energieverbrauch des PIT-Verfahrens für reguläre Produktionschargengrößen um ca. 8% reduziert werden. Weiter konnte gezeigt werden, dass durch die (inzwischen durch ACMOS teilweise auch umgesetzte) Anschaffung von energieeffizienteren Anlagenkomponenten, der Energieverbrauch um geschätzte weitere 5-10% reduziert werden konnte.

Anhand eines darauf basierenden besseren Prozessverständnisses wurde mit Hilfe der simultanen Emulgier- und Mischblende (SEM-Blende) ein energieeffizienterer Prozess für die Herstellung von Trennmitteln mit Hilfe einer kleinen Laboranlage entwickelt. Dazu wurde das Institut für Bio- und Lebensmitteltechnik: Bereich 1 - Lebensmittelverfahrenstechnik (LVT) vom Karlsruher Institut für Technologie (KIT) als Unterauftragnehmer für die Entwicklung dieses neuartigen Emulgierprozesses in die Entwicklungsarbeit mit einbezogen. In Technikums- und

Feldversuchen wurde durch ACMOS neben Stabilitätsuntersuchungen und Produktcharakterisierungen die technische Verwendbarkeit der über die neuen Herstellungsverfahren erzeugten Trennmittel positiv geprüft.

Das Projekt bewies, dass die SEM-Technologie mit der Betriebsweise „Hot-in-Cold“ geeignet ist, Trennmittel herzustellen. Die hergestellten Proben zeigten, trotz noch bestehender Unterschiede in der gemessenen Partikelgrößenverteilung (siehe Abbildung 8), in Anwendungstests vergleichbare Resultate wie die Proben des etablierten und bei Projektbeginn optimierten PIT-Verfahrens.



**Abbildung 8: Partikelgrößenverteilung bei der Herstellung einer originalen Trennmittel-Suspension mit dem SEM-Hot-in-Cold-Verfahren im einstufigen und zweistufigen Betrieb in Vergleich zum konventionellen PIT-Verfahren.**

Wenn man den Energiebedarf des Energieverbrauch-optimierten PIT-Verfahrens, mit dem der SEM-Technologie vergleicht (zugrunde liegen extrapolierte Stromverbräuche entsprechender Produktionsanlagen), erhält man eine Reduktion von ca. 30% an benötigter Energie. Dieses Verfahren ist jedoch nicht nur auf die Herstellung von Trennmittel beschränkt, werden doch jährlich allein in Deutschland ca. 1.000.000 t an Wachs- und Paraffinemulsionen über ein Schmelzemulgiervverfahren hergestellt. Wie weiterführende Vorversuche der LVT zeigten, können diese Emulsionen z.T. auch mit einem SEM-Prozess hergestellt werden.

Aufbauend auf diesen Ergebnissen konnte in einer erweiterten Ökobilanzierung gezeigt werden, dass es aus wirtschaftlicher und umweltpolitischer Sicht sinnvoll wäre, über neue Distributionswege nur noch Rohstoffkonzentrate direkt in die weltweiten Märkte zu transportieren und die Trennmittel direkt vor Ort zu produzieren. Die für den Transport benötigte Energiemenge ließe sich hiermit um bis zu 90% reduzieren.

Das Projekt konnte sehr erfolgreich beendet werden und ist ein gutes Beispiel für produktionsintegrierten Umweltschutz sowie nachhaltige Umweltentlastung in einem Industriebereich der Kunststoffverarbeitung, wo dies bislang nur in einzelnen Segmenten möglich ist. Zudem konnten wesentliche Erkenntnisse für das Folgeprojekt gewonnen werden.

Das jetzige Projekt wurde mit Bezug auf den Projektantrag in Arbeitsschritten realisiert, die dem Hauptteil als Gliederung vorangestellt sind. Im Projektzeitraum verliefen die Arbeiten nach einer Verzögerung aufgrund der langwierigen Erstellung eines Kooperationsvertrages weitgehend nach dem im Rahmen der Antragstellung aufgestellten Projektplan. Im Folgenden werden zunächst die kontinuierlich durchgeführten FuE-Aktivitäten in den einzelnen Arbeitsschritten geschildert. Es folgt eine Zusammenfassung zum Projektverlauf und den erzielten Ergebnissen in praktischen Anwendungstests der mit dem PIT- und SEM-Blenden-Verfahren hergestellten Trennmittel in laufenden Produktionsprozessen. Beendet wird der Bericht mit einer Öko-Bilanz am Beispiel der erfolgreichen Anwendung in der Produktion

einiger Kunden von ACMOS. Abschließend folgen ein Fazit und Ausblick über weitere geplante Aktivitäten nach Projektende.

# Hauptteil

## Ergebnisse Arbeitspakete

1. Aufbau der Pilotanlage/ Testversuche
  - 1.1 Endgültige Planung der im Rahmen des Vorprojektes vorgeschlagenen Pilotanlage, Beschaffung der Komponenten und Aufbau der Pilotanlage
  - 1.2 Inbetriebnahme der Anlage mit einstufigen SEM-Lochblenden Modellrezeptur (KIT)
  - 1.3 Testläufe mit Originalrezeptur (ACMOS)  
Lieferung der Ausgangsstoffe und Stabilitätstests
2. Nachweis der Produktionsreife bei (verbesselter) Produktqualität
  - 2.1 Parameterstudie zur Ermittlung der Prozess-Struktur-Eigenschaftsfunktion (PSE) der Rezeptur aus AP1  
Vergleich der Produktqualität mit Originalprodukten
  - 2.2 Einfluss der Abkühlkinetik auf die Stabilisierung der Tropfen bzw. Partikel  
begleitende Tests auf Stabilität bei Lagerung/Transport und auf die Trennwirkung
  - 2.3 Zusammenhang zwischen rheologischen Eigenschaften und Struktur der Trennmittel  
Bedeutung der chemischen Eigenschaften, z.B. pH-Wert für rheologische Eigenschaften der Trennmittel
  - 2.4 Test der Konstanz über mehrere Chargen bei festgelegten Prozessparametern und Rezeptur, Stabilitätsuntersuchungen und Anwendungstest der verbesserten Produkte beim Endabnehmer
  - 2.5 Simulation einer kontinuierlichen Fertigung mit zwei Schmelzbehältern und Entwicklung einer ressourcenschonenden Reinigungsroutine bei Chargenwechsel  
Know-How-Transfer (ACMOS-KIT) von momentanen Reinigungsroutinen beim Batch-Betrieb
3. Verfahrensverbesserung und Nachweis der Qualitätssicherheit
  - 3.1 Verbesserung des Verfahrens hinsichtlich Zerkleinerung/ Stabilisierung durch Konstruktion von Gegendruck-SEM-Blenden  
Nachweis der Prozessenergieersparnis durch Reduktion des notwendigen Prozessdruckes  
Erweiterung der Anlagenflexibilität durch Verwendung von SEM-Lochblenden unterschiedlichen Durchmessers  
Nachweis der Qualitätssicherheit und -verbesserung durch Stabilitätstests und verhindern einer Phasenumwandlung oder Partikelaggregation bei Auslagerung
  - 3.2 Nachweis der Qualitätssicherheit und -verbesserung über mehrere Chargen und Zeiträume (kleinere Tropfen und gleichbleibende Tropfengrößenverteilung)  
Anwendungstests der weiterentwickelten Produkte
4. Nachweis einer verbesserten ökologischen Qualität
  - 4.1 Reduzieren der benötigten Emulgatormenge durch geeignete Verfahrensführung.  
Prüfen, ob Stabilisieren der Tropfen durch schnelles Kühlen/ Erstarren möglich ist.  
Versuche mit reduzierter Emulgatormenge  
Vergleich der Produktqualität mit Originalprodukten
  - 4.2 Verbesserung der Zusammensetzung bezüglich Lösemittelmenge. Verarbeitung der reinen dispersen Phase bei höheren Temperaturen (> 100 °C) und reduzierter Lösemittelmenge. Untersuchung von Partikelgröße und Viskosität in Abhängigkeit des Lösemittelanteils  
Anwendungstests: Bedeutung des Lösemittels für die Trennwirkung
5. Test des verbesserten Verfahrens mit größerer Produktpalette
  - 5.1 Untersuchung ausgesuchter Rezepturen, Test mit vielversprechenden Parametern aus AP2-3. Anpassung des Prozesses an die jeweiligen Produkte

- 5.2 Know-How-Transfer bei der Herstellung von ACNOS-internen Rezepturen mit der kontinuierlich betriebenen Pilotanlage und begleitende Produkttests (siehe AP2 und AP3)
- 6. Vorgaben zum Upscale des SEM-Prozesses
  - 6.1 Analyse kritischer Parameter beim Upscale der Pilotanlage
  - 6.2 Konstruktion einer SEM-Blende, die für die Durchsätze der Pilotanlage geeignet ist (Mehrlochblende). Konzeptionierung und Bau einer Mehrlochblende für erste Test an der Kleinstanlage
  - 6.3 Bestimmung geeigneter Parameter für eine Inline-Prozessüberwachung und Prozesssteuerung via SPS  
Analyse des Handlings und des Reinigungsaufwandes bei 24/7 Betrieb einer Pilotanlage
- 7. Kostenersparnis und Ökobilanzierung
  - 7.1 Bereitstellung experimenteller Daten zur Bestimmung der Energieeffizienz des SEM-Prozesses  
Energie- und Ökobilanz: Vergleich verschiedener Verfahrensvarianten hinsichtlich Energieverbrauch und benötigter Chemikalienmenge (Lösemittel, Emulgator, ...)

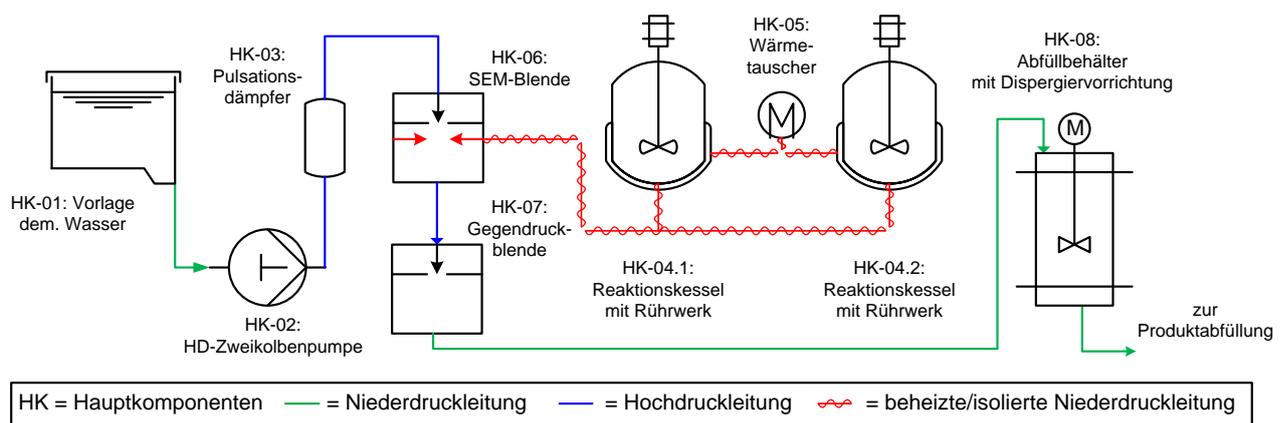
# Ergebnisse Arbeitspakete

## 1. Aufbau der Pilotanlage / Testversuche

### 1.1 Endgültige Planung und Aufbau der Pilotanlage

Das Anlagenkonzept der Pilotanlage mit einer Kapazität von ca. 100 kg Trennmittel pro Tag wurde schon im Vorprojekt vorgeschlagen. Zu Beginn des Projektes gab es leider eine sehr lange Bearbeitungszeit am KIT hinsichtlich endgültiger Unterzeichnung eines Kooperationsvertrags. Aufgrund KIT-organisatorischer Statuten konnte erst nach Unterzeichnung des Vertrags mit der Bestellung der Anlagenkomponenten und dem Aufbau begonnen werden. Die Zwischenzeit wurde jedoch genutzt, um letzte Fein-Abstimmungen in die Planung einfließen zu lassen und einen Know-How-Transfer hinsichtlich der Herstellung und der Eigenschaften von Trennmittlemulsionen durchzuführen (Arbeitspaket, AP 1.1). Die Beschreibung der Hauptkomponenten der SEM-Anlage, sowie eine Anlagen-Skizze ist unten ersichtlich. Eine ausführliche Anlagenbeschreibung inkl. Anlagenschema, Bauteilbeschreibung und Angebotsauflistung kann auf Nachfrage nachgereicht werden.

SEM-Pilotanlage (Skizze) und Beschreibung der Hauptkomponenten:



**Abbildung 9. Anlagenskizze der SEM-Pilotanlage**

Wie in Abbildung 9 ersichtlich, besteht die Pilotanlage aus verschiedenen Hauptkomponenten (HK), die im Folgenden erläutert werden: Aus dem Vorlagebehälter (HK-01) wird Wasser mit der pneumatisch betriebenen Hochdruckpumpe (HK-02) durch einen Pulsationsdämpfer (HK-03) gefördert. Mittels der SEM-Blende (HK-06) erzeugt die Hochdruckpumpe einen Prozessdruck von max. 850 bar. Das in der SEM-Blende zu dispergierende Wachs-Aktivstoffgemisch wird zunächst in einem Niederdruck-Reaktionskessel mit Wärmetauscher (HK 04.1/04.2 und HK 05) unter einer inerten Stickstoff-Atmosphäre und 3 bar Druck auf Prozesstemperaturen von max. 110 °C aufgeschmolzen und anschließend durch eine auf max. 110°C beheizte Niederdruckleitung zur SEM-Blende gefördert. Zwischen dem ersten und dem zweiten Reaktionskessel kann zur Simulation eines kontinuierlichen Betriebs umgeschaltet werden. Das Wachs-Aktivstoffgemisch wird innerhalb der SEM-Blende in die hochturbulente Wasserphase im direkten Anschluss an die Lochblende dispergiert und von dem deutlich kühleren Wasserstrom abgekühlt. Die prozesstechnisch folgende Gegendruckblende (HK-07) ist zur Reduktion des benötigten Prozessdruckes vorgesehen. Das Produkt besteht nun aus der wässrigen, kontinuierlichen Phase und dem homogen dispergierten Wachs-Aktivstoffgemisch und wird in einem Abfüllbehälter (HK-08) aufgefangen. Der Abfüllbehälter kann Vorort gewogen werden, um die tatsächliche Menge an produziertem Produkt zu bestimmen. Zudem besteht die Möglichkeit, zusätzlich weitere benötigte Additivstoffe im Abfüllbehälter zu dispergieren. Neben den Hauptkomponenten wird die

Pilotanlage mit der notwendigen Mess- und Sicherheitstechnik ausgestattet. Dazu gehören Druck- und Temperatursensoren sowie ein Durchflussmesser zur Überprüfung des Massenstroms der dispersen Phase. Überströmventile und Berst-Membrane schützen die Anlagenkomponenten vor kritischen Prozessüberdrücken. Die Anlage am LVT ist in einem Abzug aufgebaut. ACMOS stellte einige Anlagenkomponenten (z.B. ein temperierbarer Abfüllbehälter) zur Verfügung.

### 1.2 Inbetriebnahme der Anlage mit Modellrezeptur

Die Anlage wurde zunächst mit einer am KIT häufig eingesetzten Modellrezeptur betrieben. Diese besteht aus Wasser, Pflanzenöl und einem kurzketigen Emulgator. Bei Verwendung einer Lochblende mit 0,2 mm Durchmesser wurden Prozessdrücke von 850 bar erreicht. Der temperierbare Reaktionskessel sowie der Rohrleitungen ermöglichte eine zuverlässige Beheizung des Mischstroms auf 110 °C. Eine weitere Erhöhung der Heiztemperatur ist aufgrund der Temperaturempfindlichkeit der verbauten Messgeräte bei der KIT-Pilotanlage nicht möglich.

Die Überprüfung der Tropengrößenverteilung der Modellrezeptur deckte sich mit bisherigen Erfahrungen.

Des Weiteren erfolgte eine ausführliche Gefährdungsbeurteilung der Anlage und eine Prüfung durch den Sicherheitsbeauftragten des KIT. Die Inbetriebnahme mit der Modellrezeptur verlief somit erfolgreich.

### 1.3 Testläufe mit Originalrezeptur

Der erste Betrieb mit der ACMOS-Originalrezeptur 37-5045-33 verlief hinsichtlich der Aufheizung der dispersen Phase erfolgreich. Schwierigkeiten traten jedoch bei der Einstellung des gewünschten Mischverhältnisses zwischen Blenden- und Mischstrom auf. Das verbaute Regelventil erwies sich als zu grob und wurde durch ein Ventil mit kleinerem Querschnitt ersetzt. Die Regelung des relativ geringen Mischstroms im Bereich von 80 g/min erwies sich allerdings auch im weiteren Projektverlauf als Herausforderung. Eine weitere Verkleinerung des Regelventils hätte zwar voraussichtlich die Regelung verbessert, war aber aufgrund der hohen Viskosität und der Verstopfungsneigung des Stoffsystems nicht einsetzbar. Ungeachtet dieser Schwierigkeiten erfüllten die in den Testläufen hergestellten Emulsionen die Produkttests bei ACMOS hinsichtlich Überprüfung der Trennwirkung und Stabilität.

## **2. Nachweis der Produktionsreife bei (verbesselter Produktqualität)**

### 2.1 Parameterstudie zur Ermittlung der Prozess-Struktur-Eigenschaftsfunktion (PSE)

Die Ermittlung der Prozess-Struktur-Eigenschaftsfunktion eines Prozesses ist für eine verständnisorientierte Prozessauslegung unerlässlich. Hierbei wird sowohl der Einfluss verschiedener Prozessparameter auf die Struktur eines Produktes als auch der Einfluss der Struktur auf dessen Eigenschaften ermittelt. In diesem Arbeitspaket wurden die folgenden Prozessparameter untersucht:

- Prozessdruck
- Mischverhältnis der Prozessströme

Die Temperatur der Prozessströme wurde erst im folgenden Arbeitspaket 2.2 untersucht, da diese maßgeblich mit der Abköhlkinetik im Prozess zusammenhängt. Die Struktur der hergestellten Emulsionen wurde dabei anhand der Partikelgrößenverteilung und der Kristallstruktur beurteilt. Die Messung der Tropfengrößenverteilungen wurden mittels Laserbeugung gemessen (HORIBA LA-950, Retsch Technology, Haan, Deutschland). Die

Struktur wurde mit einem Polarisationsmikroskop untersucht (Eclipse Ci-L, Nikon Metrology, Shinagawa, Tokio, Japan). Dieses ermöglicht durch einen Polarisationsfilter, kristalline Strukturen einzufärben. Außerdem kann dieses in Verbindung mit einem Heiz- und Kühltablett (LTS 420, Linkam Scientific, Tadworth, UK) auch zur Untersuchung der Strukturveränderung während Heiz- und Abkühlvorgängen genutzt werden.



**Abbildung 10: Kryopolarisationsmikroskop mit Heiz- und Kühltablett (LVT)**

Die Überprüfung der Produkteigenschaften wurde von ACMOS vorgenommen. Hierbei kamen Standardtests zum Einsatz, die auch bisher in der Produktion zur Beurteilung der Produktqualität von Emulsionen, die mit dem PIT-Verfahren hergestellt wurden, eingesetzt werden. Die relevanten Produkteigenschaften, auch hinsichtlich Vergleiches mit der analogen PIT-Emulsion, sind:

- Trennwirkung gegen ein Polyurethan-Referenz-System
- Versprühbarkeit
- pH-Wert
- Viskosität
- Stabilität

Im ersten Schritt wurde mithilfe der Pilotanlage Trennmittelrezepturen nach der ACMOS Originalrezeptur 37-5045-33 hergestellt. Der Druck des Blendenstroms wurde dabei zwischen 200 bar und 800 bar variiert, um den Einfluss des Homogenisierdrucks auf die Partikelgrößenverteilungen festzustellen. In Abbildung 11 sind die volumengewichteten Summenverteilungen über der logarithmischen Tropfengrößenverteilung aufgetragen. Durch den höheren Energieeintrag wäre eine Verschiebung der Verteilungen zu kleineren Partikelgrößen mit steigendem Druck zu erwarten. Es zeigt sich jedoch, dass der Druck die erreichten Tropfengrößenverteilungen in diesem Fall nur geringfügig beeinflusst und die größten Partikel der Verteilungen in einem ähnlichen Bereich von 10 Mikrometern liegen. Die Bimodalität der Verteilungen nimmt allerdings mit steigendem Druck zu und es ist zu erkennen, dass bei den höheren Drücken ein größerer Anteil an kleinen Partikeln unter einem Mikrometer erzeugt wurden. Dies deutet auf eine unzureichende Stabilisierung der Partikel hin, sodass eine zuvor erfolgte bessere Zerkleinerung bei hohen Drücken (wie in Abbildung 2 verdeutlicht) im Endprodukt nicht mehr sichtbar ist.

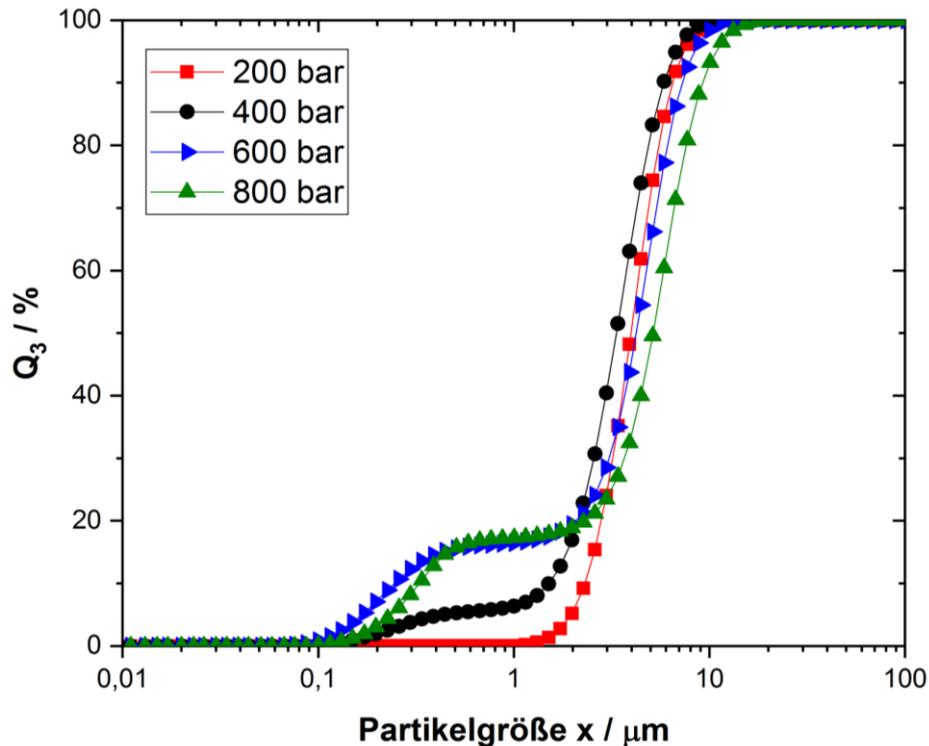
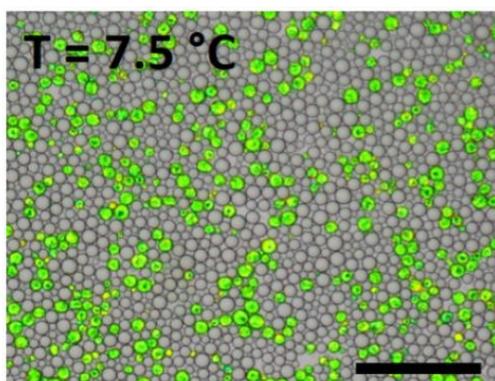
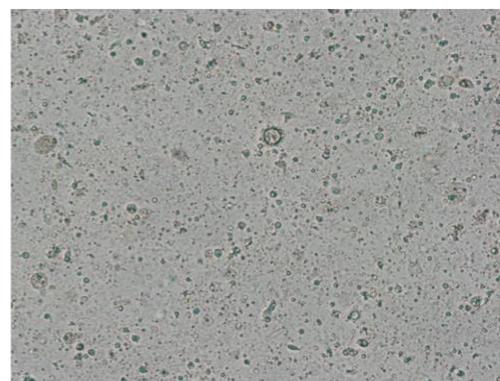


Abbildung 11: Einfluss des Prozessdruckes auf die Partikelgrößenverteilung der Trennmittlemulsion (37-5045-33)

Des Weiteren wurde die Struktur der hergestellten Trennmittlemulsionen mit dem Kryopolarisationsmikroskop untersucht. In Abbildung 12 ist die Struktur der Trennmittlemulsion 37-5045-33 bei Raumtemperatur im Vergleich zu einer Modellemulsion mit reiner disperser Phase dargestellt. Es wird deutlich, dass die Trennmittlemulsion keine rein kristallinen Partikel (zu erkennen durch die leuchtend grüne Farbe) wie in der Modellemulsion aufweist. Durch das Mikroskop kann nicht unterschieden werden, ob die Partikel flüssig unterkühlt oder amorph vorliegen. Dass die Partikel nicht wie erwartet kristallin vorliegen, könnte darauf zurückzuführen sein, dass die Partikel in der Trennmittlemulsion aus einem Gemisch aus Lösemittel und mehreren Aktivstoffen bestehen, statt wie in der Forschung bisher untersucht aus einem reinen Wachs.



Modellsystem



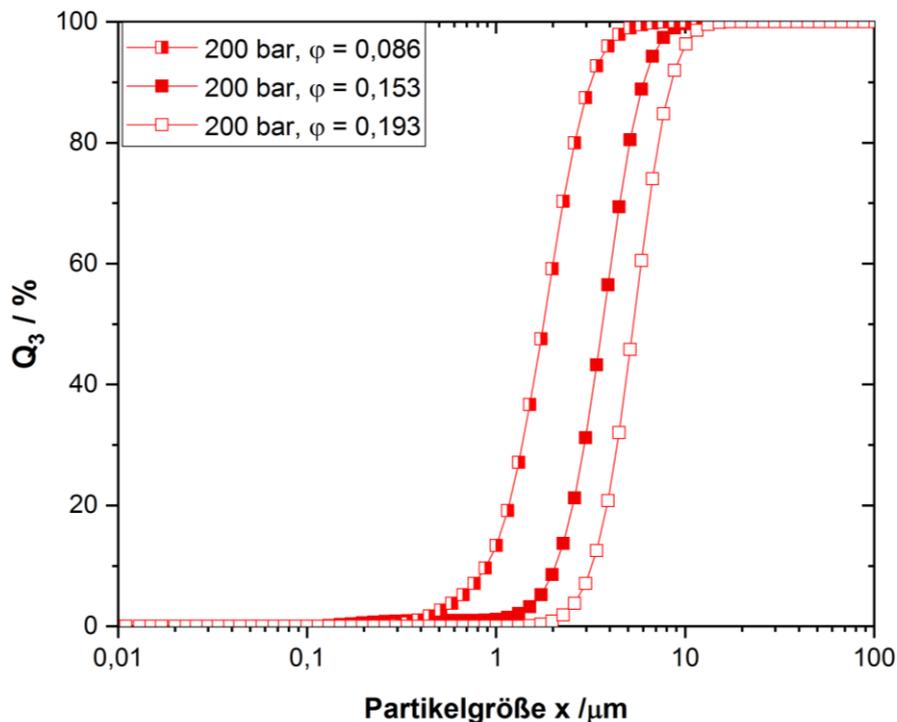
Rezeptur 37-5045-33

Abbildung 12: Struktur der hergestellten Trennmittlemulsion im Vergleich zu einer Modellemulsion mit rein kristalliner Phase (Hexadekan) [ARS16]

Diese nicht kristalline Struktur konnte allerdings bei allen Prozessdrücken beobachtet werden, sodass keine direkte Prozess-Eigenschaftsfunktion zwischen dem Homogenisierdruck und der Kristallinität der Emulsionen besteht.

Für die Bestimmung der Struktur-Eigenschaftsfunktionen wurden die Proben von ACMS mittels der gängigen Tests zur Bestimmung der Produktqualität untersucht. Hierbei zeigte sich, dass alle Proben eine sehr gute Trennwirkung vergleichbar mit durch PIT-hergestellten Proben aufwiesen. Bei der Untersuchung der Langzeitstabilität durch Belastungstests schnitten die mit der SEM-Technologie hergestellten Proben allerdings etwas schlechter ab.

Des Weiteren wurde untersucht, wie sich das Mischungsverhältnis der beiden Prozessströme auf die Partikelgrößenverteilung auswirkt. Dieses wird variiert, indem die zugeführte Menge des Mischstroms und somit auch der Dispersphasenanteil bei gleichbleibendem Blendenstrom und gleichem Homogenisierdruck  $\varphi$  variiert wird. In Abbildung 13 ist zu erkennen, dass sich die Partikelgrößenverteilung mit sinkendem Dispersphasenanteil zu kleineren Partikeln verschiebt. Somit besteht eine Prozess-Struktur-Funktion zwischen dem Mischungsverhältnis der Prozessströme und der erzielten Partikelgrößenverteilung. Auf die Kristallinität hatte das Mischungsverhältnis wie auch zuvor der Prozessdruck keinen Einfluss. In der Praxis stellt das Mischungsverhältnis allerdings nur bedingt eine Möglichkeit zur Einstellung der Tropfengrößenverteilung dar, da dieses durch den für eine zufriedenstellende Trennwirkung benötigten Dispersphasenanteil (= Wirkstoffgehalt) festgelegt ist.



**Abbildung 13: Einfluss des Dispersphasenanteils und der Nachkühlung auf Produktstruktur der Rezeptur 37-5504-33**

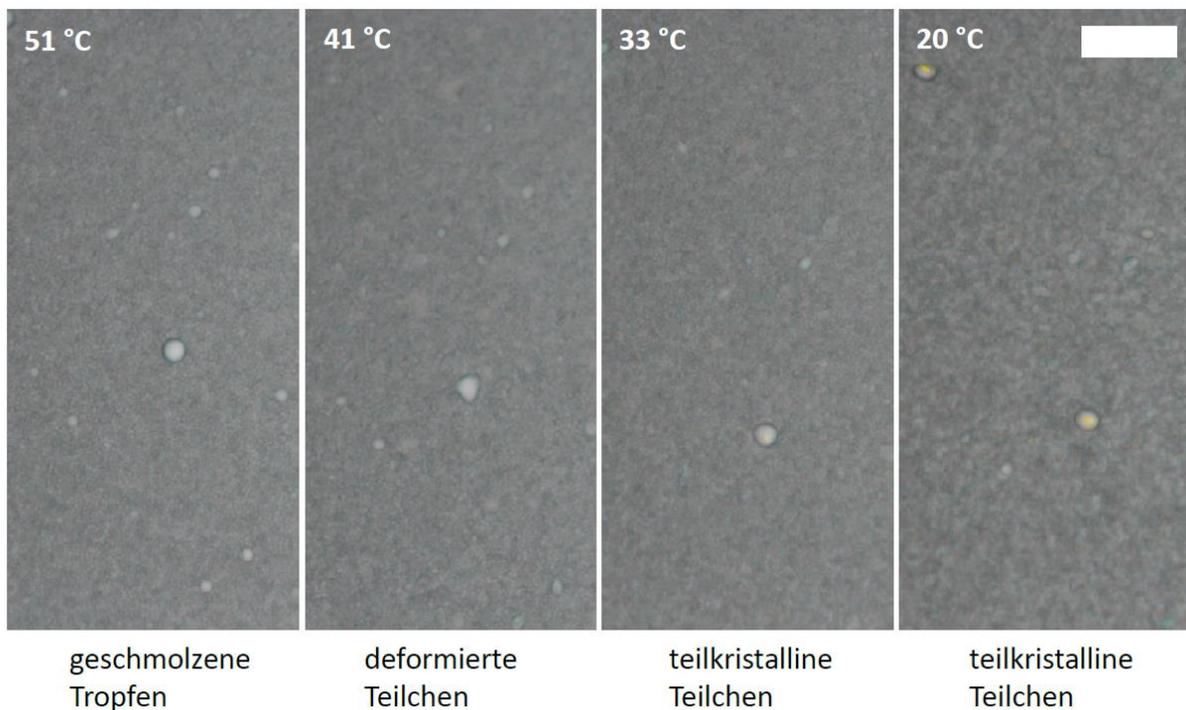
## 2.2 Einfluss der Abkühlkinetik auf die Stabilisierung der Tropfen bzw. Partikel

In diesem Arbeitspaket wurde untersucht, wie sich die Abkühlkinetik auf die Stabilisierung der Tropfen bzw. Partikel im SEM-Prozess auswirkt. Die Ergebnisse des AP 2.1 deuten darauf hin, dass die Verbesserung der Stabilisierung ein entscheidender Schritt zur Reduzierung der

Partikelgrößenverteilung sein könnte. Aus diesem Grund wurde dieses Arbeitspaket sehr ausführlich behandelt und um Versuche erweitert, die im Projektantrag noch nicht aufgeführt waren. Bevor die Abkühlkinetik im SEM-Prozess variiert wurde, wurde zunächst mithilfe des Polarisationsmikroskops untersucht, wie sich Aufheiz- und Abkühlvorgänge bei verschiedenen Abkühlkinetiken auf die Struktur der Trennmittlemulsion 37-5045-33 auswirken.

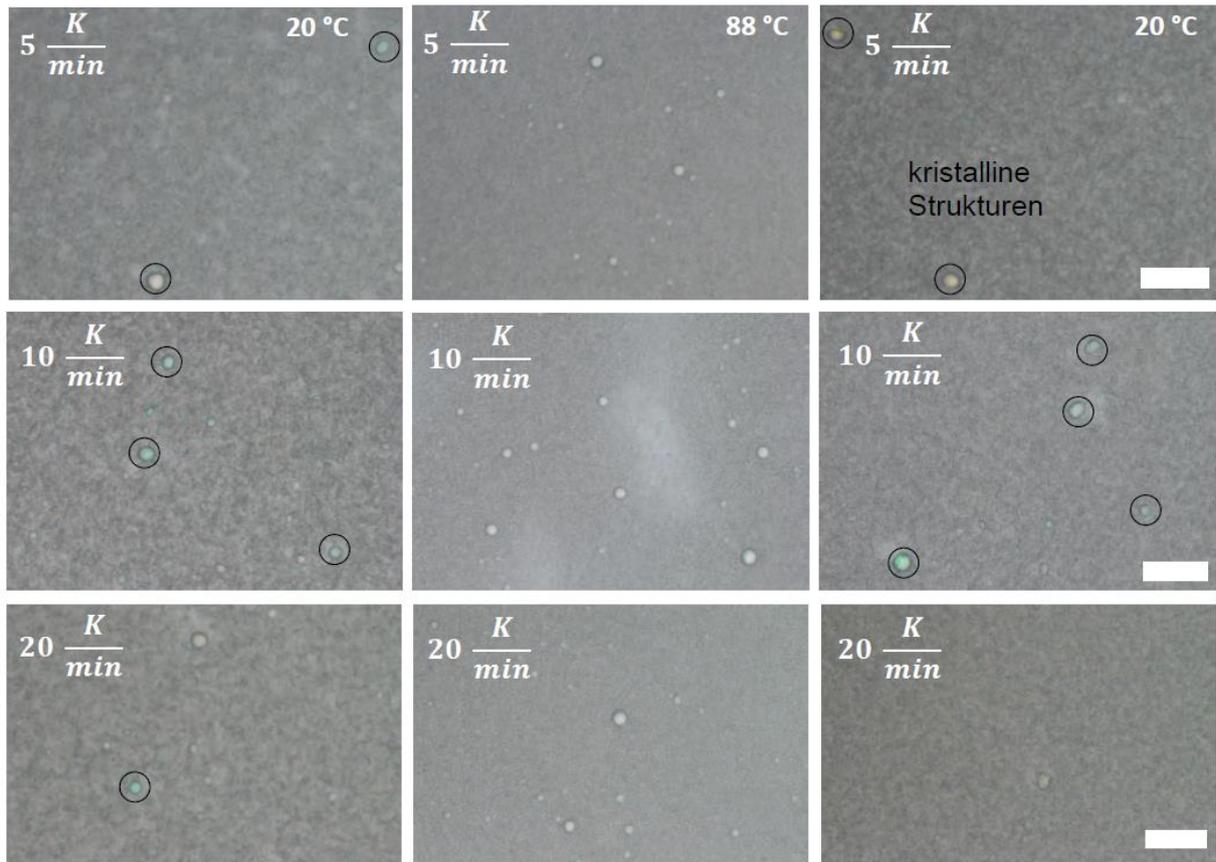
Hierfür wurden Emulsionen nach dem PIT-Verfahren im Labormaßstab hergestellt und auf Raumtemperatur abgekühlt. Diese Emulsionen wurden dann unter dem Polarisationsmikroskop zuerst auf 90 Grad aufgeheizt, wodurch alle Aktivstoffe flüssig vorliegen sollten. In einem nächsten Schritt wurden diese Emulsionen dann bei Abkühlkinetiken zwischen 5 und 20 K/min wieder auf 20 Grad abgekühlt und währenddessen die Strukturveränderungen aufgenommen.

Wie in Abbildung 14 zu erkennen ist, wurde dabei festgestellt, dass die Strukturbildung erst bei 25 °C abgeschlossen ist. Dies ist an der Ausbildung von gelblich schimmernden, teilkristallinen vergleichsweise größeren Partikeln zu erkennen.



**Abbildung 14: Strukturänderung der Trennmittlemulsion 37-5045-33 während der Abkühlung (Abkühlungsrate 5 K/min)**

In Abbildung 15 ist zu sehen, wie sich verschiedene Abkühlgeschwindigkeiten auf die Struktur der Trennmittlemulsion auswirken. In den Zeilen sind jeweils Mikroskop Bilder vor, während und nach dem Erhitzen zu sehen. Die Versuche haben gezeigt, dass eine schnelle Abkühlgeschwindigkeit von 20 K/min der Ausbildung von kristallinen bzw. teilkristallinen Partikeln vergleichsweise größeren Durchmessers entgegenwirkt.

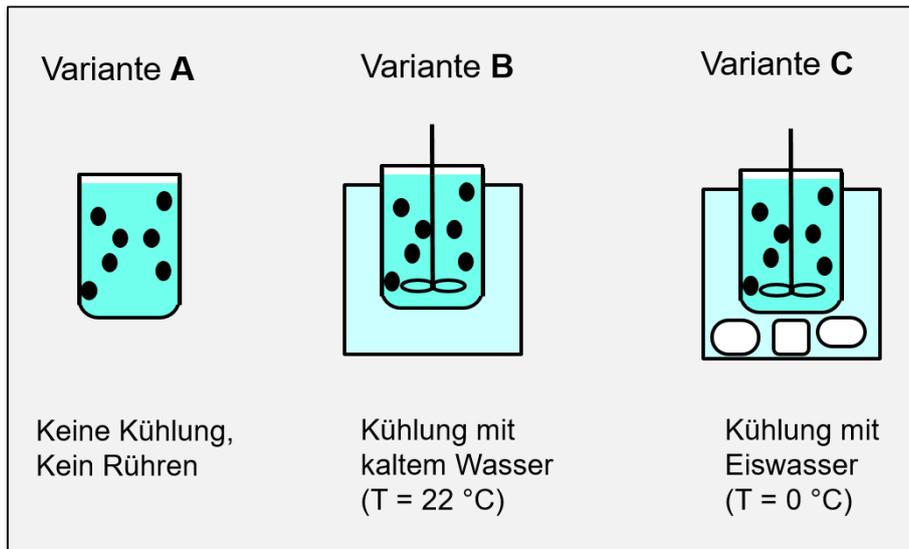


**Abbildung 15: Strukturänderung der Trennmittlemulsion 37-5045-33 während der Abkühlung in Abhängigkeit der Abkühlungsrate**

Um ein möglichst homogenes Ergebnis mit kleinen Strukturen zu erhalten, sollte im SEM-Prozess somit eine möglichst hohe Abkühlkinetik erreicht werden. Außerdem ist es ausschlaggebend, dass die Abkühlung bis auf Raumtemperatur (unter 25 °C) erfolgt.

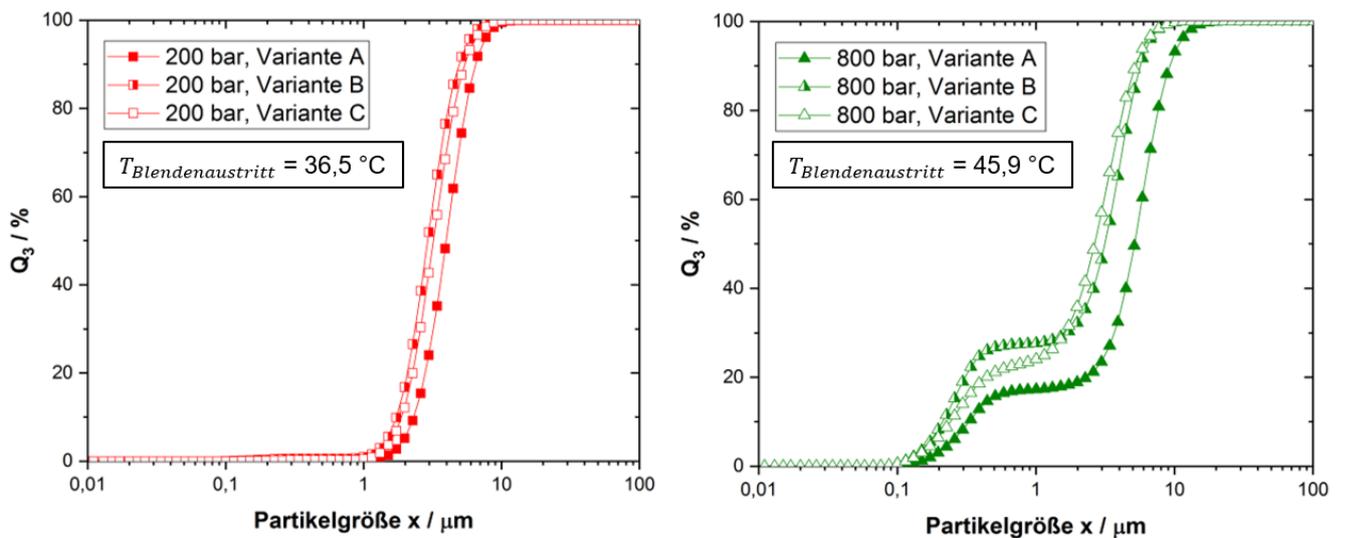
Je größer der Prozessdruck, desto größer ist der Energieeintrag. Je nach Prozessdruck und damit verbundener Temperaturerhöhung durch den Energieeintrag, betrug die Austrittstemperatur der Rezeptur 37-5045-33 zwischen 29°C (200 bar Prozessdruck) und 45 °C (800 bar Prozessdruck). Diese lag somit immer über der Temperatur, bei der keine negativen Auswirkungen mehr auf die Stabilität der Trennmittel zu erwarten sind.

Aus diesem Grund wurde untersucht, wie sich eine Nachkühlung der mit der Pilotanlage hergestellten Emulsionen auf die Partikelgrößenverteilung auswirkt. Hierfür wurden die in Abbildung 16 dargestellten Varianten der Nachkühlung eingesetzt. Für den Vergleich wurde bei verschiedenen Prozessdrücken jeweils eine Probe genommen und diese in drei Teile aufgeteilt. Ein Teil wurde ohne Rühren und aktive Kühlung auf Raumtemperatur abgekühlt (Variante A), ein Teil unter Rühren in kaltem Wasser (Variante B) und ein weiterer Teil unter Rühren in Eiswasser (Variante C) abgekühlt.



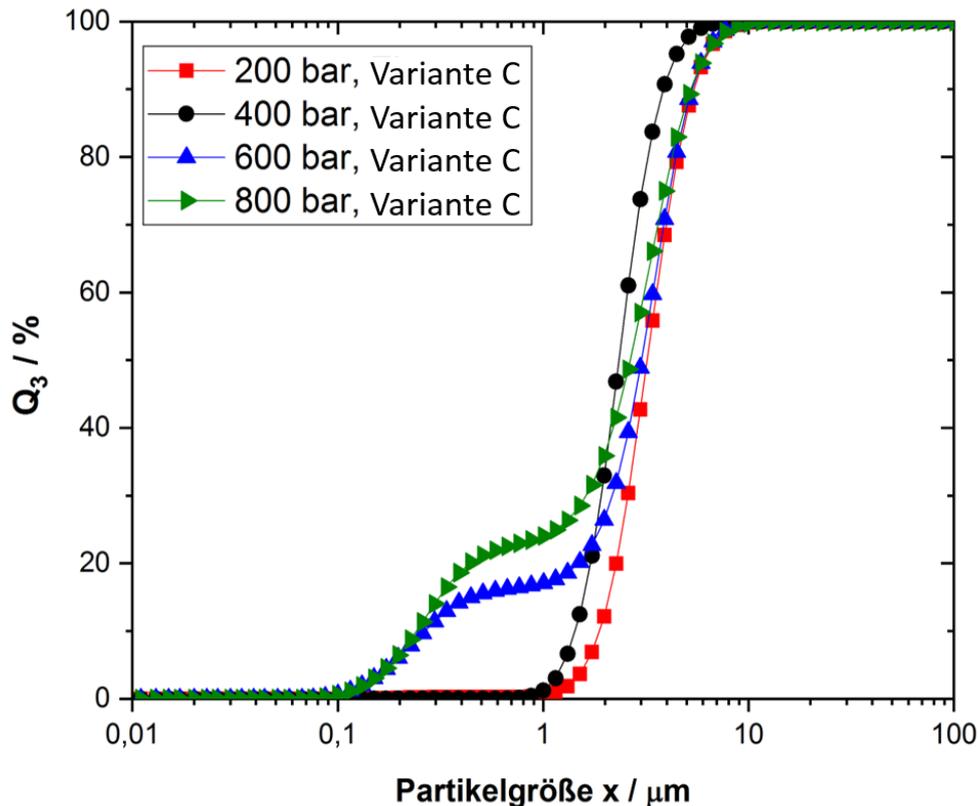
**Abbildung 16: Abkühlungsvarianten zur Nachbehandlung der mit der Pilotanlage hergestellten Produkte**

Der Einfluss dieser verschiedenen Nachbehandlungen ist in Abbildung 17 exemplarisch für 200 und 800 bar Homogenisierdruck dargestellt. Während bei 200 bar Homogenisierdruck durch die veränderte Abkühlkinetik der Nachbehandlung keine Verbesserung der Tropfengröße erreicht wird, verschiebt sich bei 800 bar Homogenisierdruck die Partikelgrößenverteilung leicht zu kleineren Tropfen.



**Abbildung 17: Einfluss der Nachbehandlung auf die Partikelgröße bei 200 bar (links) und 800 bar (rechts) Prozessdruck (37-5504-33)**

Dies lässt sich dadurch erklären, dass bei 200 bar Prozessdruck offensichtlich die unzureichende Zerkleinerung der dispersen Phase limitierend ist. Die Verbesserung der Partikeltropfengröße durch die veränderte Nachbehandlung bei hohem Druck lässt darauf schließen, dass bei einer zu langsamen Abkühlung eine zu langsame Stabilisierung die weitere Reduzierung der Partikeltropfengröße verhindert.



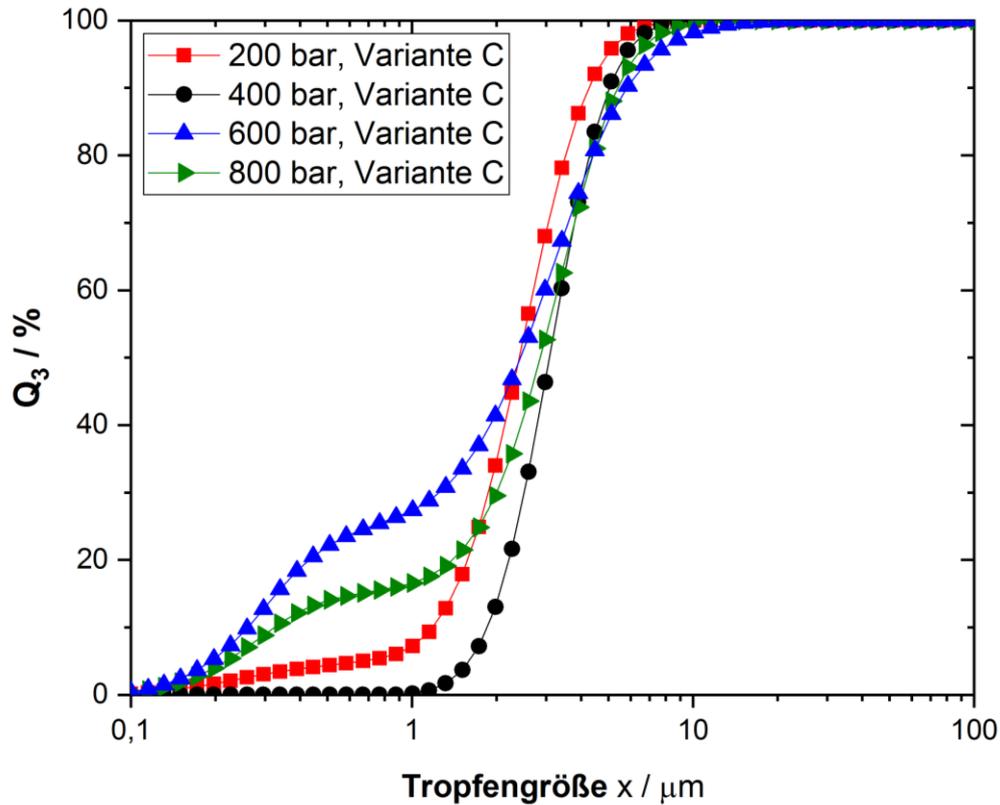
**Abbildung 18: Einfluss des Prozessdrucks auf Produktstruktur der Rezeptur 37-5504-33 bei Abkühlvariante C**

Die Auswirkung der Abkühlvariante C bei verschiedenen Prozessdrücken auf die Partikelgrößenverteilung ist in Abbildung 18 zusammengefasst. Es zeigt sich, dass eine Nachkühlung der Emulsionen in Eiswasser nicht verhindern konnte, dass die größeren 10 % der Partikel bei allen Homogenisierdrücken in einem ähnlichen Bereich liegen. Da die Nachkühlung vor allem bei hohen Homogenisierdrücken dennoch zu einer leichten Verbesserung der Partikelgrößenverteilung geführt hat, wird diese Variante im weiteren Projektverlauf als Standardvariante verwendet. Untersuchungen der hergestellten Emulsionen mit dem Polarisationsmikroskop haben gezeigt, dass die unterschiedlichen Varianten der Nachkühlung keine Auswirkung auf die Kristallinität der Trennmittel hat.

Durch eine Überprüfung der Trennwirkung bei ACMOS hat sich außerdem herausgestellt, dass die Art der Nachbehandlung sich nicht auf die Trennwirkung auswirkt. Alle mit der SEM-Pilotanlage hergestellten Produkte zeigten eine gute, und verglichen mit PIT-Emulsionen ähnliche Trennwirkung, unabhängig vom Homogenisierdruck. Die Bimodalität der Partikelgrößenverteilung, wie sie z.B. in Abbildung 16 zu sehen ist, beeinträchtigt die Trennwirkung somit nicht.

Allerdings wurde bei der Überprüfung der Stabilität durch ACMOS mithilfe von Belastungstests festgestellt, dass die bisher hergestellten Produkte bei der Langzeitstabilität schlechter abschnitten als mit dem PIT Verfahren hergestellte Produkte.

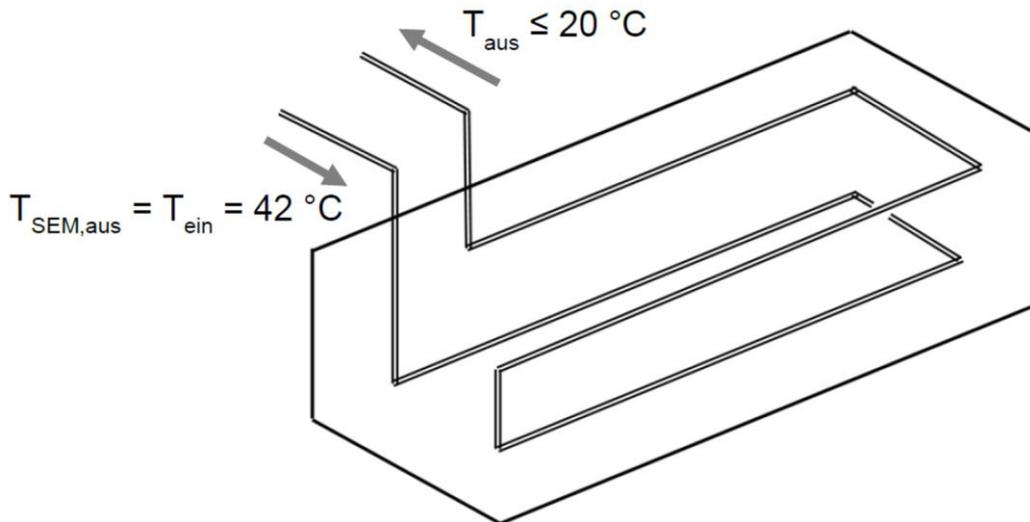
Aus diesem Grund wurden weitere Möglichkeiten zur Veränderung der Abkühlkinetik im SEM-Prozess mit dem Ziel einer schnellen Stabilisierung der zerkleinerten Emulsionstropfen getestet. Durch die Kühlung des Blendenstroms auf 4 °C sollte eine geringere Produktaustrittstemperatur eingestellt werden. Die Veränderung der Partikelgrößenverteilung fiel allerdings nicht signifikant aus, wie in Abbildung 19 zu sehen ist. Dies ist darauf zurückzuführen, dass sich die Reduzierung der Produktaustrittstemperatur lediglich auf 2-3 °C belief. Grund hierfür war vermutlich, dass der SEM-Blendenblock sich während dem Betrieb durch die erhitzte Phase aufheizte und somit auch den Blendenstrom mit aufheizte.



**Abbildung 19: Einfluss der Temperatur des Blendenstroms auf die Produktstruktur der Rezeptur 37-5504-33**

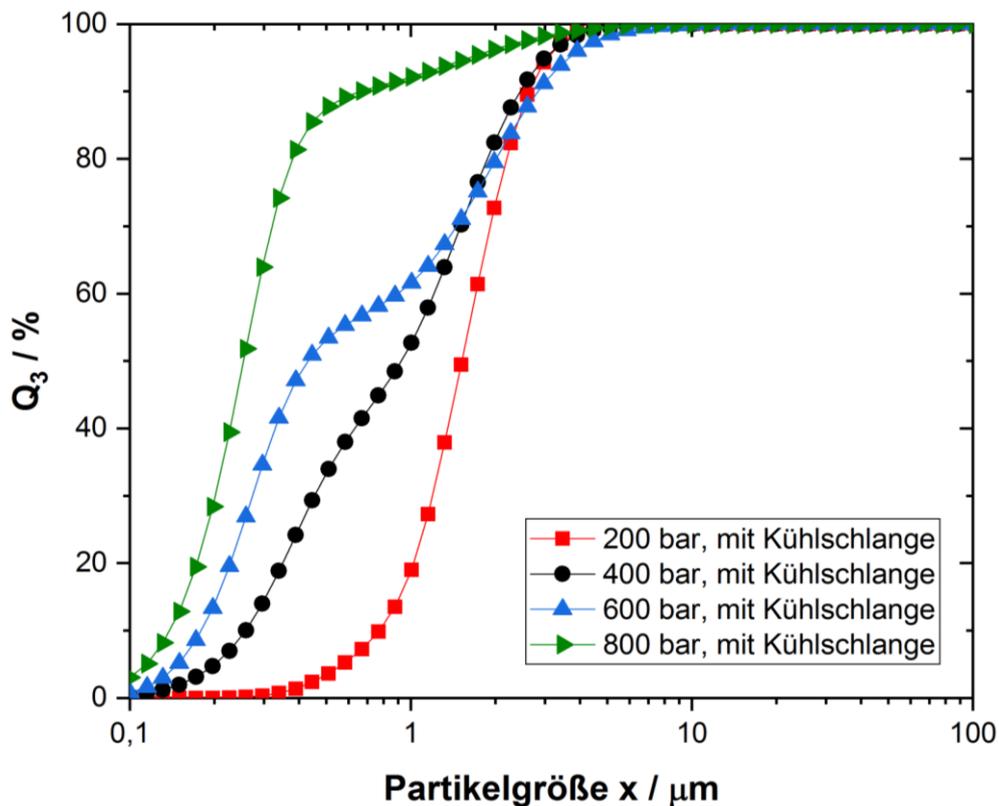
Durch eine verbesserte SEM-Blende mit temperaturisoliertem Blendenstrom könnte aber auf diese Weise in einer Produktionsanlage die Abkühlkinetik beschleunigt werden.

Zur Realisierung einer schnellen Abkühlung direkt nach der SEM Blende wurde im nächsten Schritt eine Abkühlungsschlange konstruiert und gebaut. Die in Abbildung 20 skizzierte Kühltangente wird in ein Becken eingebracht, das mit Eiswasser gefüllt wird. Auf diese Weise ist es möglich, dass die hergestellten Emulsionen beim Austritt aus der Anlage unter 25 °C abgekühlt sind.



**Abbildung 20: Kühlschlange zur kontinuierlichen Abkühlung der Trennmittelemulsionen (Variante D)**

Wie in Abbildung 21 zu erkennen ist, wurde auf diese Weise eine erhebliche Reduzierung der Partikelgröße erreicht. Während zuvor die größten Partikel der Verteilung bei ca. 10 Mikrometern lagen, wurden jetzt alle Partikel unter 2 Mikrometer zerkleinert. Zudem ist auf diese Weise auch der Einfluss des Prozessdruckes zu erkennen: mit steigendem Homogenisierdruck verschiebt sich die Partikelgrößenverteilung zu kleineren Tropfen und der Anteil des Feinguts steigt.

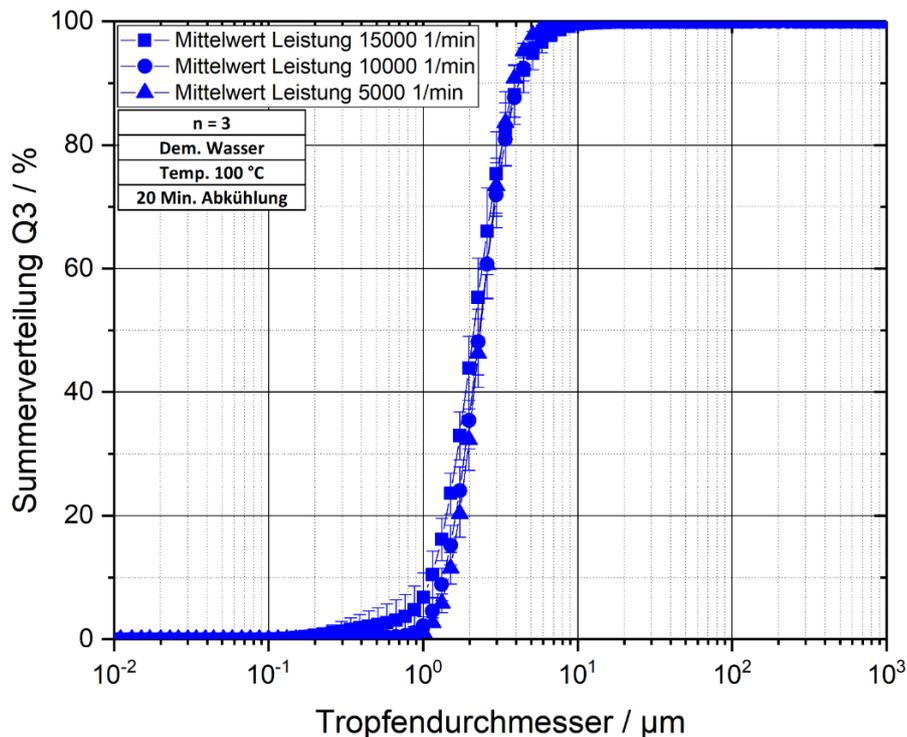


**Abbildung 21: Reduktion der Partikelgröße bei Nachschaltung einer kontinuierlichen Kühlung**

Die Überprüfung der Produktqualität durch ACMOS ergab eine sehr gute Trennwirkung aller Proben. Die unterschiedlichen Partikelgrößen wirkten sich nicht auf die Trennwirkung aus. Durch die Verwendung der Kühlschlange konnte zudem ein verbessertes Ergebnis in den Belastungstests hinsichtlich Stabilität erzielt werden. Die ACMOS-Belastungstests zeigten, dass die mittels Kühlschlange hergestellten Produkte eine ähnliche Langzeitstabilität aufweisen wie die mit dem PIT Verfahren hergestellten Produkte.

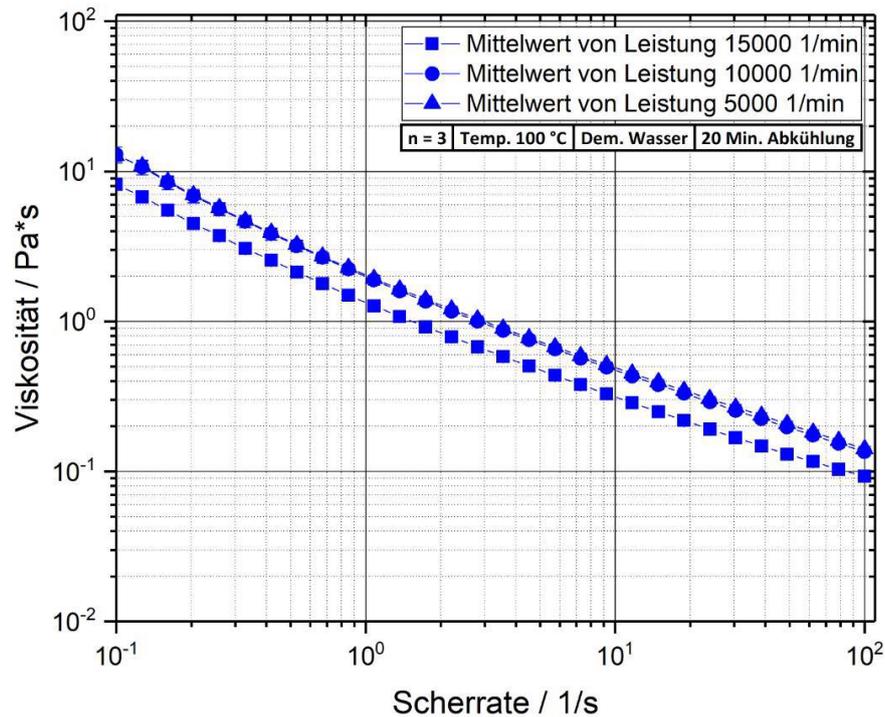
### 2.3 Zusammenhang zwischen rheologischen Eigenschaften und Struktur der Trennmittel

Um den Zusammenhang zwischen rheologischen Eigenschaften und Struktur der Trennmittel festzustellen, wurden zunächst am KIT Proben mit dem PIT-Verfahren im Labor-Maßstab hergestellt und dann die Viskosität in Abhängigkeit der Scherrate bestimmt. In Abbildung 22 ist dargestellt, dass sich die Partikelgrößenverteilung auch unter Variation des Energieeintrags der verwendeten Zahnkranzdispergiermaschine nicht verändert. Dies lässt sich dadurch begründen, dass die Bildung der Emulsionstropfen beim PIT-Verfahren auf einer Phasenumkehr beruht und somit weitgehend unabhängig vom Energieeintrag ist.



**Abbildung 22: Partikelgrößenverteilung der Rezeptur 37-5045-33 unter Variation des Energieeintrags des Ultraturrax beim PIT-Verfahren**

Obwohl somit die verschiedenen Emulsionen eine nicht unterscheidbare Partikelgrößenverteilung aufwiesen und unter dem Mikroskop keine Unterschiede in der Struktur festgestellt werden können, wurden unterschiedliche Werte für die Viskosität gemessen. Dies ist in Abbildung 23 dargestellt.



**Abbildung 23: Viskosität der Rezeptur 37-5045-33 unter Variation des Energieeintrags des Ultraturrax beim PIT-Verfahren**

Dies zeigt, dass kein eindeutiger Zusammenhang zwischen Struktur und Viskosität der Emulsion besteht.

Auch die Viskositätsmessungen von mit dem SEM-Verfahren hergestellten Proben erwiesen sich im weiteren Projektverlauf als nicht aussagekräftig. Kleine Schwankungen des Aktivstoffgehalts, die aufgrund der Regelungsschwierigkeiten nicht ausgeschlossen werden können, hatten einen deutlich größeren Einfluss auf die gemessene Viskosität als Änderungen der Struktur.

**Tabelle 1: Viskositäten und pH-Werte von verschiedenen Emulsionsansätzen des Produktes 37-5045-33**

<b>37-5045-33 (alle Proben im Eiswasserbad auf 20°C herunter gekühlt)</b>	<b>Viskosität [cP]</b>	<b>pH-Wert</b>	<b>Rückstand 140°C/20 min</b>	<b>Trennwirkung gegen PU-Referenz-System</b>
PIT	3400	6,9	3,01	Soll
200 bar	2250	6,9	3,16	Soll
400 bar	6600	6,8	4,36	Soll
500 bar	2900	6,4	3,71	Soll
500 bar Wiederholung	2100	6,7	3,47	Soll

600 bar	1700	6,9	2,81	Soll
800 bar	2050	6,8	3,48	Soll

Tabelle 1 zeigt deutlich, dass kein eindeutiger Zusammenhang zwischen pH-Wert und Viskosität gefunden werden konnte. Wohlgleich steigt mit steigendem Wirkstoffgehalt auch die Viskosität.

Zudem sollte in diesem Arbeitspaket überprüft werden, ob die im AiF-Projekt 18426 N festgelegten Messmethoden angewandt werden und die Erkenntnisse des Projektes übertragen werden können. In diesem Projekt wurde die Kristallbildung von Schmelzemulsionen mit Hexadekan als reiner disperser Phase durch Viskositätsmessungen während der Abkühlung untersucht. Da bei dem im Projekt untersuchten Stoffsystem kein eindeutiger Zusammenhang zwischen Struktur und Viskosität festgestellt werden konnte und die disperse Phase nicht vollständig kristallisiert, eignete sich dieses nicht für vergleichbare Viskositätsmessungen

Stattdessen wurden die in Kapitel 2.2 diskutierten Untersuchungen mittels des Polarisationsmikroskops durchgeführt. Diese ermöglichten ebenfalls, Strukturänderungen während dem Abkühlvorgang genauer zu beobachten und kritische Temperaturen zu identifizieren.

#### 2.4 Test der Konstanz über mehrere Chargen

Die Produktqualität der mit der SEM-Blende hergestellten Emulsionen wurde in Technikums- und Feldversuchen ausführlich untersucht. Um die Ergebnisse der Tests mit PIT-Emulsionen vergleichen zu können, wurden die Rezeptur 37-5045-33 mit verschiedenen Hilfsstoffen nachträglich additiviert. Hierfür wurde eine Kesselfüllung der Emulsion im temperierbaren Abfüllbehälter aufgefangen und die Additive bei 40 °C hinzugefügt. Dieses Vorgehen ist notwendig, damit die temperaturempfindlichen Additive nicht durch hohe Temperaturen geschädigt, aber dennoch ausreichend eindispersiert werden. Die zuvor in AP 2.2 entwickelte Kühlschlange kann bei dieser Art der Additivierung somit nicht eingesetzt werden. Stattdessen wurde Abkühlvariante C eingesetzt.

Zum besseren Vergleich wurde auch das 37-5045-33 mittels PIT-Verfahrens hergestellt und in gleicher Weise die Additive bei 40°C eindispersiert.

In ausgiebigen Technikumsversuchen bei ACMOS konnte kein Unterschied hinsichtlich Trennwirkung, Oberflächengüte der entformten Bauteile und Aufbauverhaltens zwischen den mittels SEM- oder PIT-Verfahrens hergestellten Trenn-Emulsionen ermittelt werden. Nur die Stabilitätstests der SEM-Emulsionen waren geringfügig schlechter als bei den PIT-Emulsionen.

#### 2.5 Simulation einer kontinuierlichen Fertigung mit zwei Schmelzbehältern und Entwicklung einer ressourcenschonenden Reinigungsroutine

In diesem Arbeitspaket wurde überprüft, ob durch Verwendung von zwei Schmelzbehältern der kontinuierliche Betrieb des SEM-Verfahrens möglich ist. Hierfür wurde ein baugleicher zweiter Schmelzkessel in die Pilotanlage des KIT eingebaut (siehe Abbildung 24). Der kontinuierliche Betrieb wird dann simuliert, indem während dem Emulgierprozess die Zufuhr der dispersen Phase vom ersten auf den zweiten Kessel umgeschaltet wird.



**Abbildung 24: Pilotanlage nach Einbau eines zweiten Reaktionskessels**

Die Fertigung einer Trennmittelemulsion nach der Rezeptur 37-5045-33 mit zwei Kesselfüllungen konnte erfolgreich durchgeführt werden. Während dem Umschalten der Kessel kam es lediglich für wenige Sekunden zu einem leichten Absinken des Massenstroms der dispersen Phase. Dieses ist jedoch verglichen mit der Gesamtmenge der hergestellten Emulsion vernachlässigbar. Zudem wurden in regelmäßigen Abständen während dem Emulgierprozess Proben gezogen und die Konstanz der Partikelgrößenverteilung und Produktstruktur erfolgreich nachgewiesen.

Allerdings konnte die Umschaltung der Kessel während dem Emulgiervorgang nicht wie geplant mehrfach hintereinander durchgeführt werden. In der Praxis zeigt sich, dass das Abkühlen des doppelwandigen Kessels für die sichere Befüllung mit Lösungsmittel sowie der Befüllvorgang selbst deutlich mehr Zeit beanspruchte als ursprünglich geplant. Somit war es aufgrund des geringen Volumens (2 l) des Schmelzbehälters nicht möglich, während dem Leerlaufen eines Kessels die disperse Phase im zweiten Kessel vollständig vorzubereiten. Für das Upscaling muss deshalb die Auslegung der Größe des Schmelzkessels sorgfältig mit den benötigten Arbeitsschritten koordiniert werden wie in AP 6 beschrieben wird.

Für die Feldversuche wurden 500 bar als Homogenisierdruck ausgewählt. Bei weiterer Druckerhöhung konnte keine weitere Verbesserung der Produktqualität festgestellt werden, sodass ein höherer Energieaufwand nicht notwendig ist.

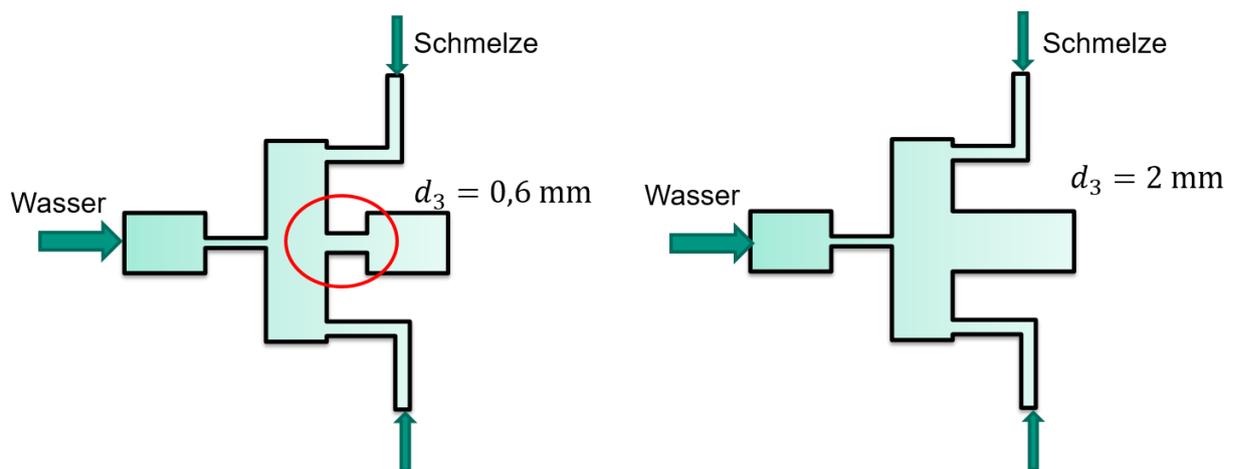
In ausgiebigen Technikums- und Feldversuchen bei einem bedeutenden Polyurethan-verarbeitenden ACROS-Kunden unter realen Produktionsbedingungen konnte kein Unterschied hinsichtlich Trennwirkung, Oberflächengüte der entformten Bauteile und Aufbauverhaltens (Standzeit bis zur notwendigen Reinigung) zwischen den mittels SEM- oder PIT-Verfahrens hergestellten Trenn-Emulsionen ermittelt werden. Nur die Stabilitätstests der SEM-Emulsionen waren geringfügig schlechter als bei den PIT-Emulsionen.

Zudem wurde eine Reinigungsroutine für die Rezeptur 37-5045-33 bei Chargenwechsel entwickelt. In diesem Fall ist die Reinigung sehr ressourcenschonend, da die disperse Phase durch den Lösungsmittelanteil nicht zur Bildung von Rückständen neigt. Somit war nach kurzem Abstellen der Anlage keine zusätzliche Reinigung erforderlich, während bei längerem Abstellen ein Spülgang mit Lösungsmittel durchgeführt wurde. Dies sollte bei der Planung einer ressourcenschonenden Reinigungsroutine berücksichtigt werden.

### 3. Verfahrensverbesserung und Nachweis der Qualitätssicherheit

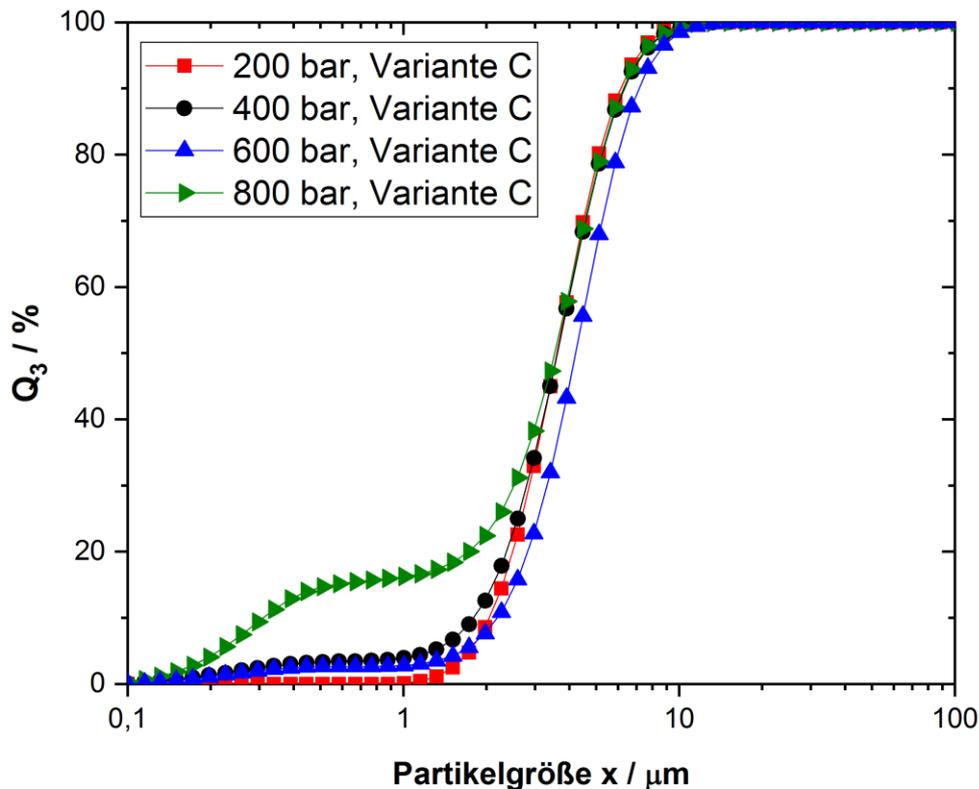
#### 3.1 Verbesserung des Verfahrens hinsichtlich Zerkleinerung/ Stabilisierung durch Konstruktion von Gegendruck-SEM-Blenden

In diesem Arbeitspaket sollte untersucht werden, inwieweit die Produktqualität durch Nutzung einer Gegendruckblende verbessert werden kann. Die Gegendruckblende wurde bereits zu Beginn des Projekts konstruiert und in allen vorhergehenden Arbeitspaketen eingesetzt, um eine möglichst gute Produktqualität zu erreichen. Um den Einfluss der Gegendruckblende zu bestimmen, wurde daher in diesem Arbeitspaket zum Vergleich die Rezeptur 37-5045-33 unter Verwendung einer einfachen Lochblende ohne Gegendruckbohrung eingesetzt. Der Aufbau der beiden Lochblenden ist in Abbildung 25 skizziert.



**Abbildung 25: Skizze der verwendeten Blende mit Gegendruckbohrung (links) und ohne Gegendruckbohrung (rechts)**

In Abbildung 26 sind die gemessenen Partikelgrößenverteilungen aufgetragen. Diese sind vergleichbar mit den Partikelgrößenverteilungen, die bei der Verwendung der Gegendruckblende und gleicher Nachbehandlung (Abkühlvariante C) gemessen wurden. Der Einfluss der Gegendruckbohrung auf die Struktur ist somit als gering anzusehen.



**Abbildung 26: Partikelgrößenverteilung bei Verwendung einer einfachen SEM-Lochblende ohne GGD-Bohrung (Rezeptur 37-5504-33)**

Außerdem wurden zusätzlich Versuche mit variiertem Abstand zwischen engstem Querschnitt und Zuführung der dispersen Phase durchgeführt. Auch hier konnte keine Verbesserung der Partikelgrößenverteilung erreicht werden. Die Variationen der Geometrie zielten auf eine effizientere Tropfenzerkleinerung während dem Emulgiervorgang hin. Dieses Arbeitspaket in Kombination mit AP 2.2 legt den Schluss nahe, dass eine verbesserte Stabilisierung durch schnelle Abkühlung bei dieser Rezeptur entscheidender für die resultierende Partikelgrößenverteilung ist.

Gleichzeitig ermöglichen die Ergebnisse dieses Arbeitspakets eine hohe Flexibilität beim Scale-Up der Lochblenden für eine Produktionsanlage, da Geometrieänderungen im geringen Umfang kein kritischer Parameter sind.

### 3.2 Nachweis der Qualitätssicherheit und -verbesserung über mehrere Chargen und Zeiträume)

Trotz des insgesamt sehr guten Projektverlaufs galt es aber auch Projektlaufzeit einzusparen. Daher wurde dieses Arbeitspaket schon im Zuge des Arbeitspaketes 2.4 mit eingearbeitet. Die Qualität der gefertigten Emulsionen war sehr konstant. Dies galt für Emulsionen, welche entweder mittels eines Schmelzkessels an unterschiedlichen Tagen mehrmals hintereinander oder durch mehrmalige Simulation der kontinuierlichen Fertigung mittels zwei Schmelzbehältern an einem Tag gefertigt wurden

## **4. Nachweis einer verbesserten ökologischen Qualität**

#### 4.1 Reduzieren der benötigten Emulgatormenge durch geeignete Verfahrensführung.

In diesem Arbeitspaket wird überprüft, ob die Emulgatormenge unter Verwendung der SEM-Technologie im Vergleich zum PIT-Verfahren reduziert werden kann. Hierfür wurden bei AC MOS Versuche mit einer SEM-Laboranlage durchgeführt.

Im Zuge einer langen Versuchsreihe konnte anhand der Modell-Emulsion 37-5045-33 gezeigt werden, dass, verglichen mit der mittels des PIT-Verfahrens hergestellten Referenz, reproduzierbar relativ stabile Emulsionen nur dann gefertigt werden können, wenn

A.) die Emulgatorzusammensetzung dem zu emulgieren Stoff-System angepasst wird

B.) die Emulgatormenge nur bis max. 10% reduziert wird. Darüber hinaus gehende Reduktionen führen zu einer nur z.T. reproduzierbaren Stabilität.

Hingegen ergaben andere stoffliche Anpassung, z.B. durch Strukturänderungen des eingesetzten Co-Emulgators keine Verbesserung der Stabilität bzw. deren Reproduzierbarkeit. Im AC MOS-Technikum konnte die weiterhin gute Trennwirkung bestätigt werden.

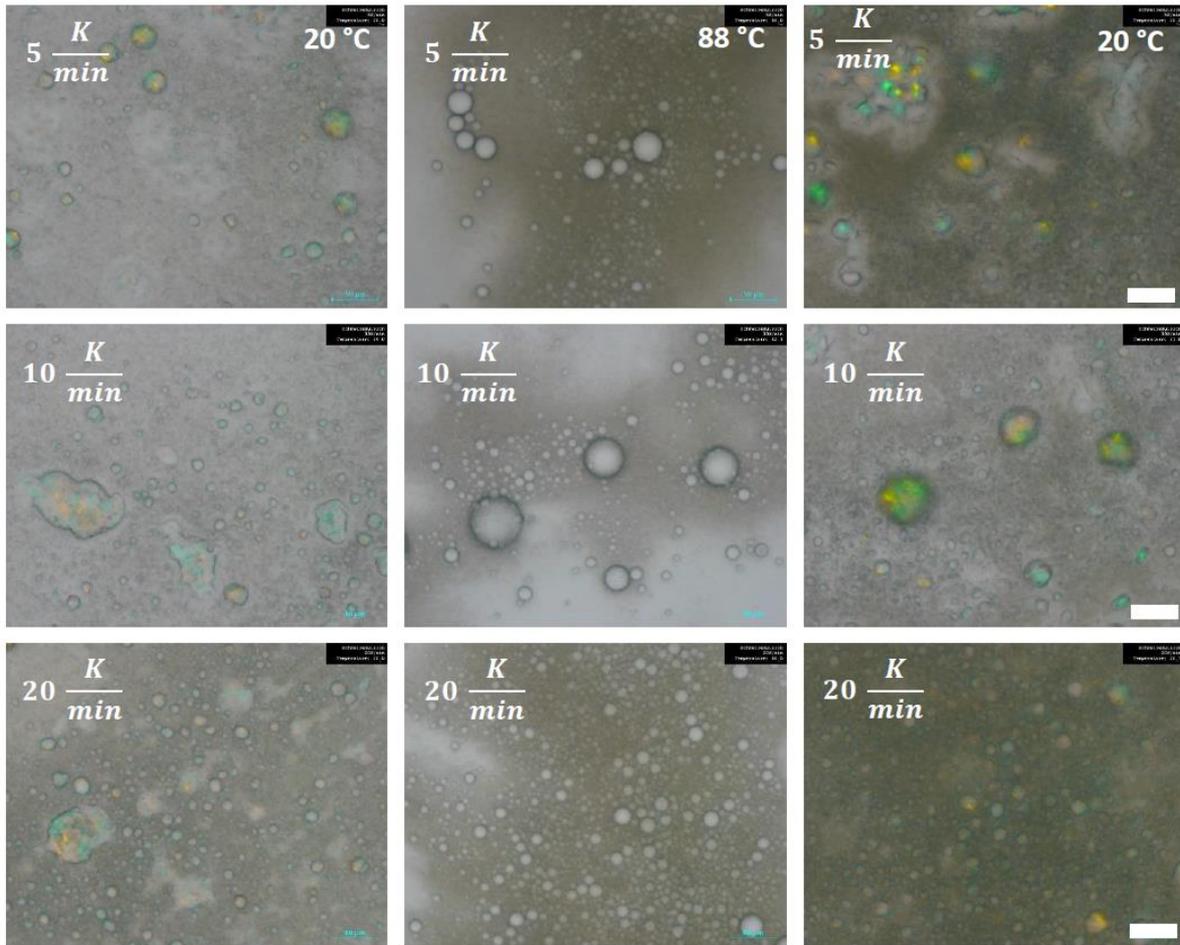
Insgesamt fiel die Reduzierung der Emulgatormenge somit geringer aus als ursprünglich angenommen wurde. Der Idee einer deutlichen Reduzierung der Emulgatormenge beruhte auf der Annahme, dass die Partikel der dispersen Phase vollständig kristallisieren. Durch sehr schnelle Abkühlung könnten die Partikel dann sehr schnell in einen stabilen kristallinen Zustand überführt werden und somit die Emulgatormenge reduziert werden. Im Projekt hat sich aber herausgestellt, dass die Partikel nicht kristallisieren, sondern amorph oder unterkühlt vorliegen. Dies könnte eine Erklärung für die nur geringere Reduzierung liefern.

#### 4.2 Reduzierung der Lösemittelmenge

Neben der Reduzierung der Emulgatormenge war auch eine Lösemittelreduzierung mit Hilfe der SEM-Technologie Ziel des Projekts. Um zu untersuchen, wie sich die Reduktion des Lösemittels auf die Struktur der Trennmittelrezeptur 37-5045-33 auswirkt, wurde die Strukturänderung während der Abkühlung mit dem Polarisationsmikroskop aufgenommen (vergleichbar AP 2.2).

Zusätzlich wurden PIT-Emulsionen gefertigt, bei denen die Lösungsmittelmenge um 50 bzw. 25% reduziert wurde.

Die Mikroskop Bilder, die bei der Abkühlung von Trennmittlemulsionen mit um 50 % reduzierter Lösemittelmenge aufgenommen wurden, sind in Abbildung 27 dargestellt. Hierbei wurde festgestellt, dass bei den langsameren Abkühlkinetiken 5 K/min und 10 K/min die Bildung von größeren, kristallinen Partikeln nicht verhindert werden konnte. Bei der schnellsten Abkühlkinetik 20 K/min konnte die Vergrößerung der Partikel verhindert werden, allerdings unterscheidet sich auch hier die Struktur deutlich von der Struktur der Trennmittlemulsionen nach Basisrezeptur.



**Abbildung 27: Strukturveränderung einer um 50 % Lösemittelreduzierten Trennmittlemulsion 37-5045-33 bei verschiedenen Abkühlkinetiken**

Des Weiteren wurde die Strukturveränderung während der Abkühlung bei einer um 25 % Lösemittel reduzierten Trennmittlemulsion bei verschiedenen Abkühlkinetiken aufgenommen (siehe Abbildung 28). Hierbei ist zu erkennen, dass deutlich kleinere Partikelgrößen erreicht werden als bei der um 50 % reduzierten Rezeptur, was eine bessere Stabilität erwarten lässt. Insgesamt verhält sich die Rezeptur mit 25 % bei der Abkühlung reduziertem Lösemittelgehalt vergleichbar mit der Basisrezeptur. Aus diesem Grund wurde diese Rezeptur mit der KIT Pilotanlage hergestellt und die Struktur untersucht. Dabei kam die in AP 2.2 entwickelte Kühlschlange zum Einsatz, da mit dieser die besten Produktstrukturen hergestellt werden konnten. Wie in Abbildung 28 zu sehen ist, sind die resultierenden Partikelgrößenverteilungen bei verschiedenen Drücken vergleichbar mit der Basisrezeptur.

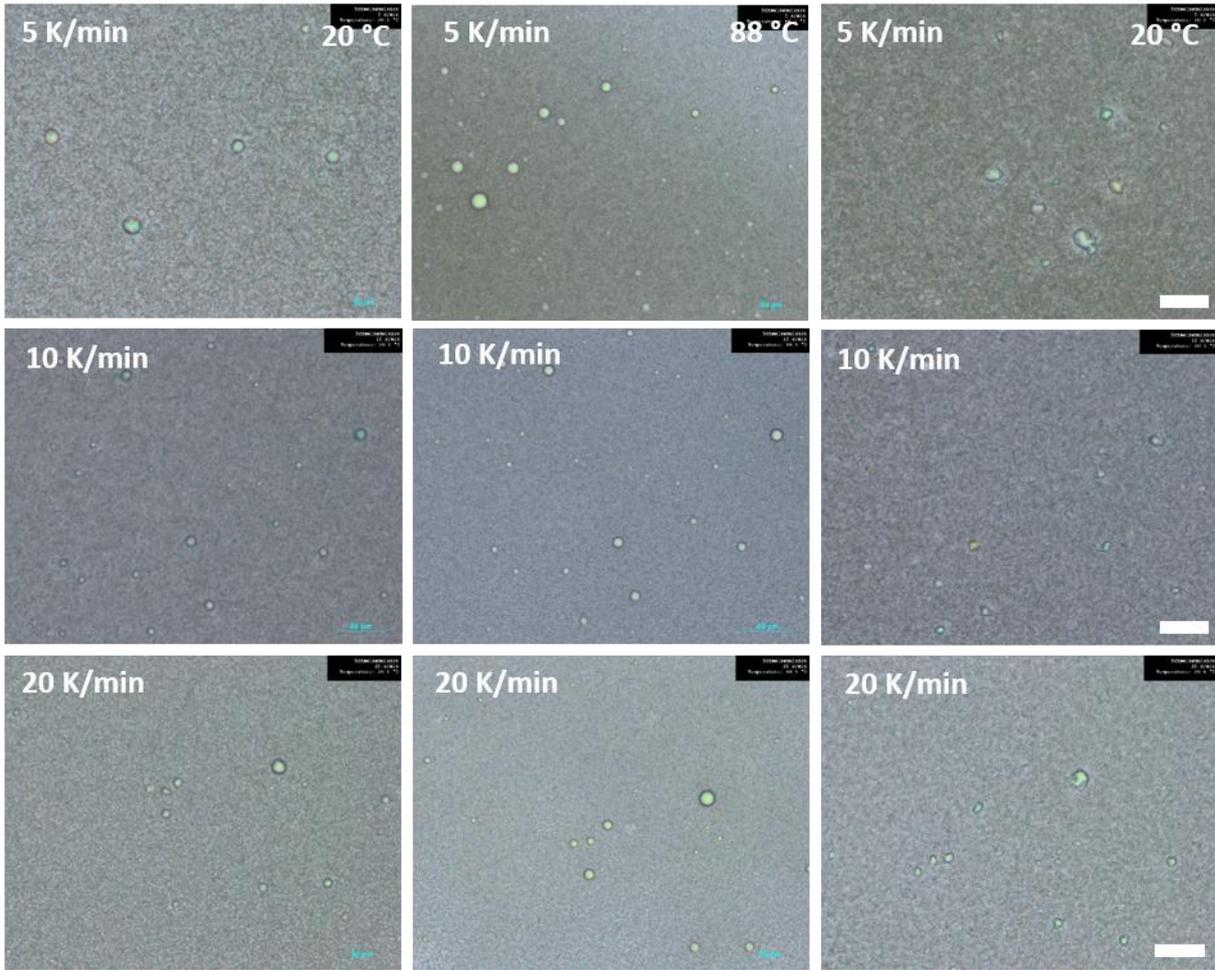


Abbildung 28: Strukturveränderung einer um 25% Lösemittelreduzierten Trennmittlemulsion 37-5045-33 bei verschiedenen Abkühlkinetiken

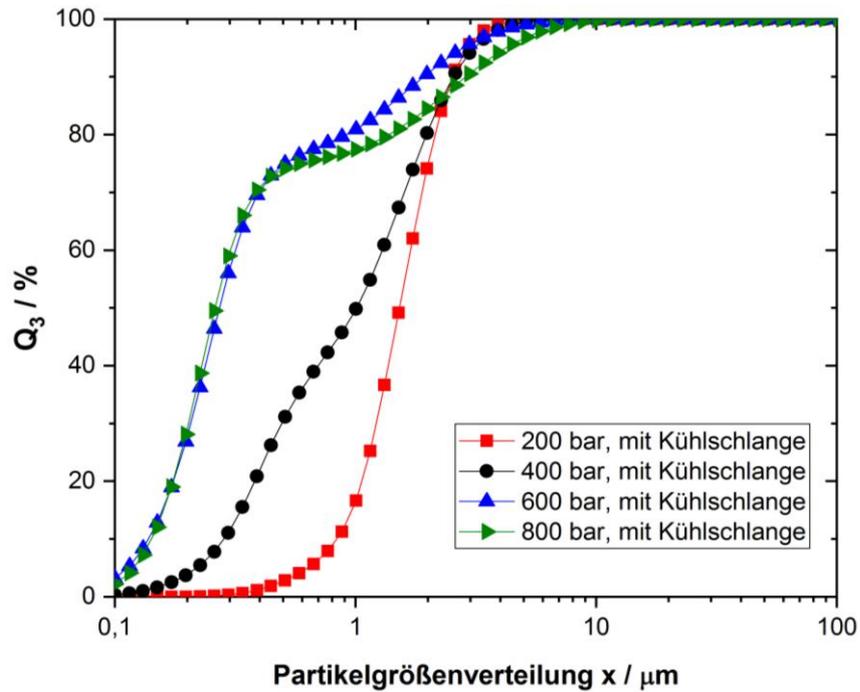


Abbildung 29: Partikelgrößenverteilung bei Reduktion des Lösemittelanteils um 75 %

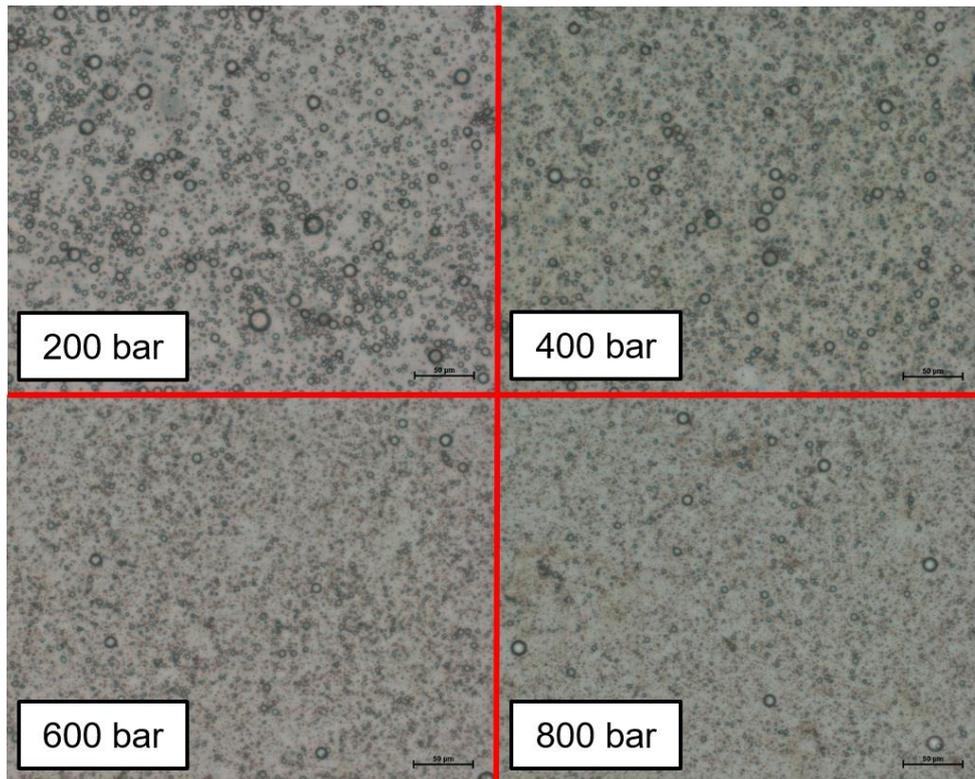
Die Partikelgrößenverteilungen liefern zwar einen Hinweis auf die Stabilität der Trennmittel, dennoch wurde die Produktqualität der lösungsmittelreduzierten Emulsionen noch ausführlich bei ACMOS hinsichtlich der Langzeitstabilität und Trennwirkung untersucht. Dies war notwendig, da diese Eigenschaften nicht nur von der Partikelgrößenverteilung, sondern auch von der Rezeptur abhängen. Hierfür wurden an einer SEM-Laboranlage bei ACMOS verschiedene Emulsionen hergestellt und auf Trennwirkung und Langzeitstabilitätstests untersucht.

Verglichen mit Rezeptur-analogen PIT-Emulsionen konnten langzeitstabile und gleichsam trennaktive Emulsionen reproduzierbar nur bis zu einer Lösungsmittelmengen-Reduktion von max. 10% unter gleichzeitiger Anpassung der Emulgatorzusammensetzung (analog der Emulgatormengenreduktion) hergestellt werden.

Darüber hinaus gelang es in weiteren Versuchen und bei gleichzeitiger Anpassung des Emulgatorsystems SEM-Emulsionen herzustellen, welche sowohl eine um 10% reduzierte Emulgatormenge als auch eine um 10% reduzierte Lösungsmittelmenge aufwiesen. Allerdings war hier die Langzeitstabilität verglichen mit der Rezeptur-analogen Emulsion etwas eingeschränkt. Dennoch wurden am KIT von beiden Emulsionen (10% Lösungsmittelreduktion und 10% Lösungsmittel- und Emulgatorreduktion) größere Mengen hergestellt und in einem Langzeit-Feldversuch bei einem Polyurethan-verarbeitenden Kunden unter realen Produktionsbedingungen hinsichtlich Trennwirkung, Oberflächengüte der entformten Bauteile und Aufbauverhaltens (Standzeit bis zu einer notwendigen Reinigung) positiv getestet. Die Langzeit-Stabilitätsuntersuchungen zeigten verglichen mit der Rezeptur-analogen PIT-Emulsion nur eine etwas verringerte Stabilität.

## **5. Test des Verfahrens mit erweiterter Produktpalette**

In diesem Arbeitspaket wurde überprüft, inwieweit sich das Verfahren auf weitere ACMOS Originalprodukte anwenden lässt. Das Hot-in-Cold-Verfahren wurde auf die Rezeptur 37-5504-39 angewendet und Trennmittelprodukte mit der Pilotanlage ohne Nachkühlung hergestellt. Die Struktur der Produkte konnte in diesem Fall nicht mittels Laserbeugung gemessen werden, da hierfür eine starke Verdünnung der Proben notwendig war und diese zur Destabilisierung der Proben führte. Stattdessen wurde die Produktstruktur mithilfe des Mikroskops untersucht. Wie in Abbildung 30 zu erkennen ist, wurde in diesem Fall eine Reduzierung der Partikel- bzw. Tropfengrößen mit dem Homogenisierdruck beobachtet. Dies zeigt, dass bei dieser Rezeptur die Stabilisierung weniger kritisch ist als bei der zuvor untersuchten Rezeptur 37-5504-34.



**Abbildung 30: Einfluss des Prozessdruckes auf die Partikelgröße der Trennmittelemulsion (37-5045-39)**

Die von ACMOS untersuchte Trennwirkung zeigte keine Abhängigkeit von der Partikelgröße, alle Proben erreichten eine mit dem PIT-Verfahren vergleichbare Trennwirkung. Die Reduzierung der Partikelgrößen mit steigendem Homogenisierdruck resultierte aber in einer verbesserten Stabilität in den Belastungstests.

Zusammenfassend lässt sich also feststellen, dass das Verfahren auf weitere Produkte übertragen werden konnte. Dennoch wurde deutlich, dass die Prozess-Struktur-Funktionen vom Stoffsystem abhängen und so Pilotversuche für die Herstellung einer neuen Rezeptur Pilotversuche im SEM-Verfahren unerlässlich machen.

Darüber hinaus wurden bei den Versuchen kritische Faktoren beim Wechsel der Produkte hinsichtlich dem Anlagenbau festgestellt. Zum einen unterschieden sich die verwendeten Rezepturen in der Viskosität der Produkte, weshalb eingebaute Durchflussmesser neu kalibriert werden müssen. Auch die Regelung des Mischstroms erforderte eine Anpassung der Anlage. Für die Rezeptur 37-5045-39 wurde ein gröberes Ventil benötigt, da dieses Stoffsystem stärker zum Verstopfen neigt und somit einen größeren Regelquerschnitt erforderte. Dies wirkte sich auch auf eine deutlich erschwerte Reinigung der Anlage aus. Die Reinigungsroutine für diese Rezeptur erfordert Spülen mit Lösungsmittel, um alle Rückstände aus der Anlage zu entfernen. Die Dauer des Spülgangs konnte durch schnelles Spülen mit heißem Wasser direkt nach Chargenwechsel reduziert werden.

## 6. Vorgaben zum Upscale des SEM-Prozesses

### 6.1. Analyse kritischer Parameter beim Upscale der Pilotanlage

Für das Upscaling der Anlage muss sichergestellt werden, dass alle Anlagenkomponenten für den Bau einer Produktionsanlage mit verfügbar sind. Dazu gehören:

- Reaktionskessel zum Aufschmelzen der Aktivstoffe
- Hochdruckpumpen zur Erzeugung des notwendigen Prozessdrucks
- Rohrleitungen und Ventile
- Heizelemente zum Beheizen der Rohrleitungen und des Blendenblocks
- SEM-Blende für höhere Durchsätze, wird in AP 6.2 behandelt

Reaktionskessel sind für alle Größenmaßstäbe erhältlich. Bei ACMOS stehen bereits vergrößerte Reaktionskessel zur Verfügung, die bisher für das PIT-Verfahren eingesetzt werden. Diese können in einer Produktionsanlage zum Aufschmelzen der Aktivstoffe dienen. Die Beschaffung einer passenden Hochdruckpumpe stellt ebenfalls keinen kritischen Parameter dar, da Hochdruckpumpen in der Industrie bis zu Durchsätzen von 50.000 l/h eingesetzt werden. Im Unterschied zu der im Projekt eingesetzten Labor-Hochdruckpumpe handelt es sich dabei um elektrisch angetriebene Mehrkolbenpumpen. Diese ermöglichen eine gleichmäßigere Förderung, weshalb der Einsatz von Pulsationsdämpfern nicht erforderlich ist. Beim Upscaling der Rohrleitungen und Ventile sowie bei der Beschaffung passender Beheizung kann auf ein breites Angebot des industriellen Anlagenbaus zurückgegriffen werden.

Des Weiteren wurde mithilfe der in diesem Projekt gewonnenen Erfahrungen sowie der ACMOS-Expertise bei der Herstellung der Produkte im PIT-Verfahren evaluiert, wie sich das Upscaling auf einzelne kritische Prozessschritte auswirkt. Dabei handelt es sich um:

- Aufschmelzen der Aktivstoffe im Schmelzbehälter
- Abkühlkinetik der SEM-Blenden
- Steuerung der Prozessströme

Für das Upscaling der Aktivstoffe im Schmelzbehälter kann auf die Expertise von ACMOS zurückgegriffen werden, da dieser Schritt auch im PIT-Verfahren vorkommt. Diese Expertise kann deshalb zur Auslegung der Aufschmelzzeiten verwendet werden. Wie in AP 2.5 beschrieben wurde, muss für den kontinuierlichen Betrieb neben der Ausschmelzzeit der Aktivstoffe auch die Abkühlzeit der Kessel sowie die Zeit, die zum Befüllen der Kessel benötigt wird, ausschlaggebend. Diese Verfahrensschritte müssen deshalb bei der Auslegung der Kesselgröße berücksichtigt werden, um später einen reibungslosen Wechsel zwischen den Reaktionskesseln zu gewährleisten.

Die Abkühlkinetik hat sich außerdem im Projekt als kritischer Parameter herausgestellt. Es muss daher sichergestellt werden, dass bei der Produktionsanlage eine Produktaustrittstemperatur von 25 °C unterschritten wird. Dafür stehen folgende Möglichkeiten zur Verfügung:

- Reduzierung der Temperatur der kontinuierlichen Phase durch Verwendung von Stadtwasser
- Isolierung der Zufuhr der kontinuierlichen Phase, um Aufheizung durch Heizelemente zu vermeiden
- Anschluss eines Gegenstromkühlers

Im Hinblick auf den Energie- und Reinigungsaufwand ist die Verwendung eines optimierten Blendenblocks gegenüber der Verwendung eines Gegenstromkühlers zu bevorzugen.

Die genaue Regelung der Prozessströme ist ebenfalls ein kritischer Schritt für die erfolgreiche Übertragung des SEM-Prozesses auf den Produktionsmaßstab. Hierbei ist zu erwarten, dass die Regelung im Vergleich zur Pilotanlage vereinfacht wird, da bei den Durchsätzen der Pilotanlage die untere Grenze der verfügbaren Regelventile erreicht wurde. Es ist zu erwarten, dass sich größere Öffnungsquerschnitte der Ventile genauer einstellen lassen.

Außerdem erfolgte eine Abschätzung des Verschleißes an den Anlagenbauteilen. Hierfür wurden Beständigkeitstests verschiedener Dichtungen gegenüber den im Projekt eingesetzten Lösemitteln bei ACMOS Chemie durchgeführt. Beim Bau einer Produktionsanlage ist es deshalb unbedingt erforderlich, dass die Dichtungen entsprechend dieser Beständigkeitstests ausgewählt werden. Zusätzlich sollte in regelmäßigen Abständen beim Wechsel von Chargen eine Überprüfung der Dichtungen erfolgen. Auf diese Weise können Produktverunreinigungen durch Abrieb ebenso wie das Versagen von Bauteilen verhindert werden.

Während der Projektlaufzeit konnte kein Verschleiß der Blendenbauteile festgestellt werden. Da Hochdruckbauteile aber Kavitationsschäden unterliegen können, die zur Aufweitung der Lochblenden und somit zum Verlust der Emulgierwirkung führen können, ist eine regelmäßige Überprüfung der Blenden notwendig.

## 6.2 Konstruktion einer SEM-Blende, die für die Durchsätze der Pilotanlage geeignet ist (Mehrlochblende)

Die Versuche in AP 2 und 3 haben gezeigt, dass sich eine Änderung von Geometrieparametern nicht signifikant auf die Produktstruktur und -eigenschaften ausgewirkt hat. Dies ermöglicht eine flexible Anpassung der SEM-Blende für die höheren Durchsätze der Produktionsanlage. In der folgenden Tabelle 2 ist eine Abschätzung des benötigten Blendendurchmessers für eine Produktionsanlage mit 3850 kg Kapazität / Tag gegeben. Der Abschätzung liegt die Annahme zugrunde, dass in der Blende die gleichen Reynoldszahlen zum Aufbau vergleichbarer zerkleinerungswirksamer Spannungen erreicht werden müssen.

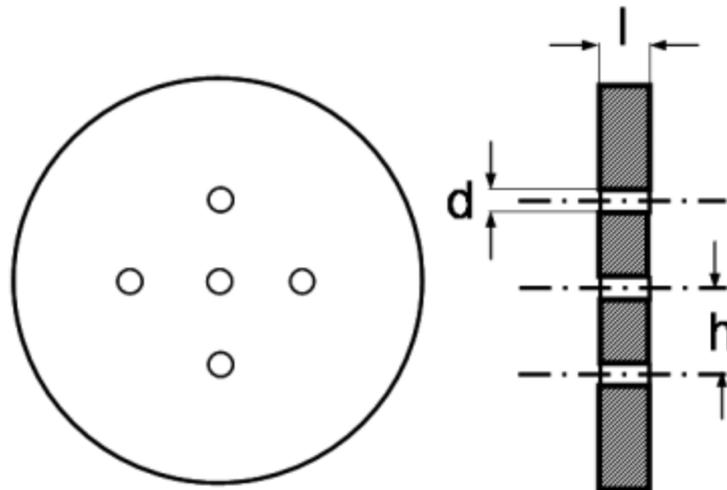
Diese berechnet sich folgendermaßen:

$$Re_{Blende} = \frac{v_{Blende} * d_{Blende} * \rho}{\eta}$$

**Tabelle 2: Abschätzung der benötigten Durchmesser für upgescalte Lochblenden**

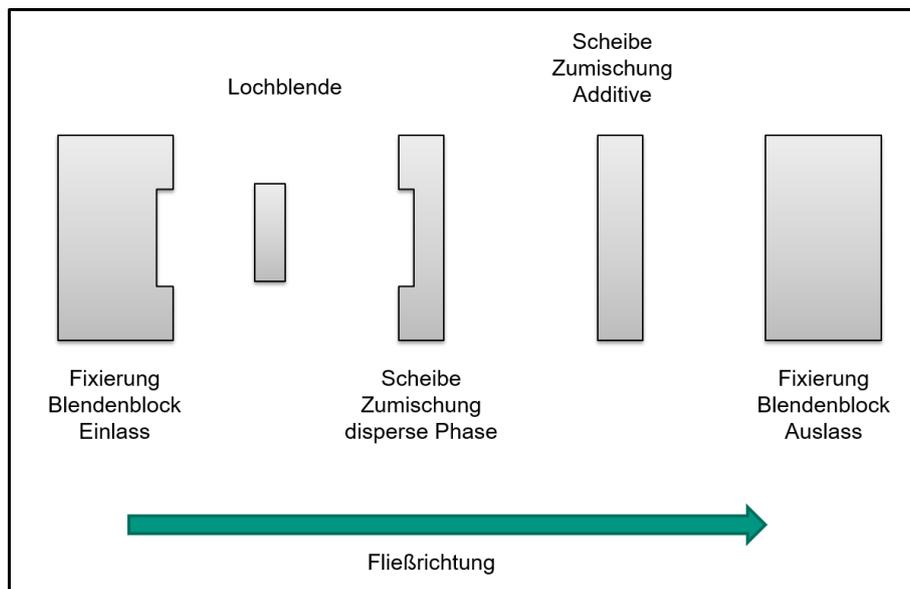
Anzahl Blenden / -	Durchmesser Blenden / mm	Abstand Blenden / mm
1	19	-
5	4	28
13	1,5	11

Vorgehende Untersuchungen zum Upscaling von Lochblenden haben gezeigt, dass durch Vergrößerung der Anzahl der Lochblenden ein besseres Ergebnis hinsichtlich der Tropfenzerkleinerung erreicht wird [AKSS08]. In der Tabelle 2 sind daher auch die benötigten Lochdurchmesser bei Verwendung von Mehrlochblenden mit entsprechender Blendenanzahl angegeben. Aguilar et al. konnten ebenfalls zeigen, dass der Mindestabstand zwischen den Blenden mindestens der siebenfache Blendendurchmesser betragen sollte. Um die Größe der SEM-Blenden für eine gute Durchmischung der Prozessströme möglichst gering zu halten, wurde der Mindestabstand ebenfalls berechnet und als Abstand zwischen den Lochblenden gewählt. Die Realisierung einer solchen upgescalten Blende erfolgt dann nach dem in Abbildung 31 angegebenen Schema.



**Abbildung 31: Skizze einer Mehrlochblende mit fünf Lochblenden [AKSS08]**

Im Projektantrag war geplant, eine solche vergrößerte Blende in der Pilotanlage zu testen. Dies konnte leider nicht realisiert werden, da die Kapazität der verbauten Hochdruckpumpe nicht für die Förderung der hierfür benötigten Massenströme ausreicht. Stattdessen wird für den Test einer vergrößerten Mehrlochblende eine Hochdruckpumpe im Produktionsmaßstab benötigt. Da die Abmessungen der SEM-Blenden im Vergleich zu den übrigen Anlagenteilen sehr viel kleiner ausfallen, ist der Ausbau einer SEM-Blende mit vergleichsweise wenig Aufwand verbunden und der Test kann an der späteren Produktionsanlage erfolgen.



**Abbildung 32: Prinzip der SEM-Blende mit kontinuierlicher Additivierung**

Stattdessen wurde ein technisches Upscaling mit dem Ziel einer kontinuierlichen Additivierung durchgeführt. Aus AP 2.2 ergab sich, dass der SEM-Prozess so ausgelegt werden sollte, dass die Produktaustrittstemperatur unter 25°C liegt. Auf diese Weise ist die ursprünglich angedachte Additivierung der Trennmittelemlusionen in einem nachgeschalteten Kessel nicht möglich bzw. mit hohem Energieaufwand für die erneute Aufheizung und Abkühlung verbunden. Daher wurde der SEM-Blendenblock wie in Abbildung 32 skizziert durch eine weitere Zulaufscheibe direkt hinter der Zulaufscheibe der dispersen Phase eingefügt. Auf diese Weise werden die Additive in das Gebiet hoher Durchmischung hinter der Lochblende

eingebraucht, wodurch der für die Eindispersierung benötigte mechanische Energieeintrag eingespart werden kann.

Die so hergestellten Produkte waren hinsichtlich der Struktur mit nachträglich additivierten Produkten vergleichbar. Dennoch sollten vor einer Übernahme des Konzepts für die Produktionsanlage weitere Tests an der ACMOS Laboranlage durchgeführt werden und auch die Trennwirkung und Stabilität dieser Produkte überprüft werden.

### 6.3 Bestimmung geeigneter Parameter für eine Inline-Prozessüberwachung

Aus dem Projekt ergeben sich folgende Parameter für eine Inline-Prozessüberwachung:

- Temperatur im Schmelzkessel während dem Aufschmelzen der Wachse
- Temperatur der Aktivstoffe vor der Zugabe zur kontinuierlichen Phase, verbunden mit Regelung der Heizelemente der entsprechenden Rohrleitung
- Temperatur der kontinuierlichen Phase
- Druck im Blendenstrom, verbunden mit Regelung des elektrischen Antriebs der Hochdruckpumpe
- Messung der Durchflüsse beider Prozessströme, verbunden mit Regelung des Regelventils des Mischstroms

Für die Überprüfung der Produktqualität war ursprünglich die Messung der Viskosität vorgesehen. Im Projektverlauf hat sich aber gezeigt, dass diese hierfür zu starken Schwankungen unterliegt. Stattdessen sollten folgende Messungen in regelmäßigen Abständen zur Überprüfung der Produktqualität vorgenommen werden:

- Stabilitätstests nach ACMOS Standard
- Test der Trennwirkung nach ACMOS Standard
- Bestimmung des Wirkstoffgehalts

## **7. Kostenersparnis und Ökobilanzierung**

Für die Berechnung der Energie- und Kosteneinsparungen durch Verwendung des SEM-Verfahrens wurden von der Firma UTEC Energiemessungen und -bilanzierungen durchgeführt.

Hierbei wurden Messungen in folgenden Anlagen zur Herstellung der Trennmittlemulsion 37-5045-33 durchgeführt:

- in der vorhandenen Produktion mit einem Batch-System im Kessel 29 (PIT-Verfahren)
- in einem Versuchsaufbau im Labor in einem kontinuierlichen System unter Anwendung einer SEM-Blende (SEM-Blendenverfahren)

energetisch und ökologisch bilanziert werden. Das Ergebnis der Labormessungen soll unter Anwendung von plausiblen Annahmen auf größere Mengen (Großcharge) extrapoliert werden. Durchführung einer Ökobilanzierung durch UTEC GmbH zur Ermittlung des Energieverbrauchs des PIT gegenüber dem im Projekt optimierten SEM Verfahren.

### 7.1 Vergleich PIT-Verfahren und SEM-Blendenverfahren (Großanlage)

In der Tabelle ist die Endenergiebilanz der beiden Produktionsverfahren angegeben.

Tabelle 3: Endenergiebedarf der beiden Produktionsverfahren

	PIT	SEM-Blende	Einsparung	
	kWh/t	kWh/t	kWh/t	%
Wärme	41,1	17,5	23,6	57,5
Turbine/HD-Pumpe	2,0	13,4	-11,4	-564,3
Kälteerzeugung	8,9	5,3	3,6	40,1
sonst. Antriebe	1,2	1,1	0,1	7,0
<b>Summe</b>	<b>53,2</b>	<b>37,3</b>	<b>15,9</b>	<b>29,8</b>

Der Endenergiebedarf des SEM-Blendenverfahrens ist um ca. 30 % geringer als der des PIT-Verfahrens.

In der Abbildung 33 und Tabelle 4 sind die Energie- und CO<sub>2</sub>-Bilanzen der beiden Verfahren vergleichend dargestellt. Die Einsparungen von Primärenergie und CO<sub>2</sub> sind geringer als bei der Endenergie, da die Energieträgeraufteilung sich verändert (s. 33). Das SEM-Blendenverfahren ist stromlastiger (s. auch Abbildung 34).

Tabelle 4: Energie- und CO<sub>2</sub>-Bilanzen des PIT- und SEM-Verfahrens

		PIT	SEM-Blende	Einsparung	
					%
Endenergie	kWh/t	53,2	37,3	15,9	29,8
Primärenergie	kWh/t	66,9	54,9	12,0	18,0
CO <sub>2</sub> - Emission	kg/t	14,0	12,9	1,1	7,8

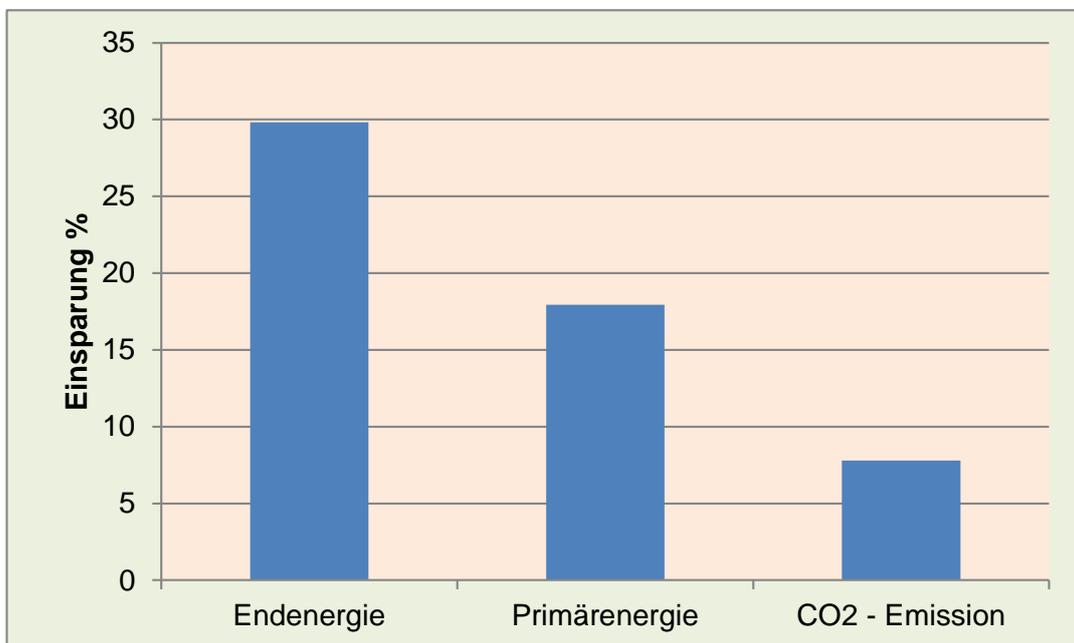
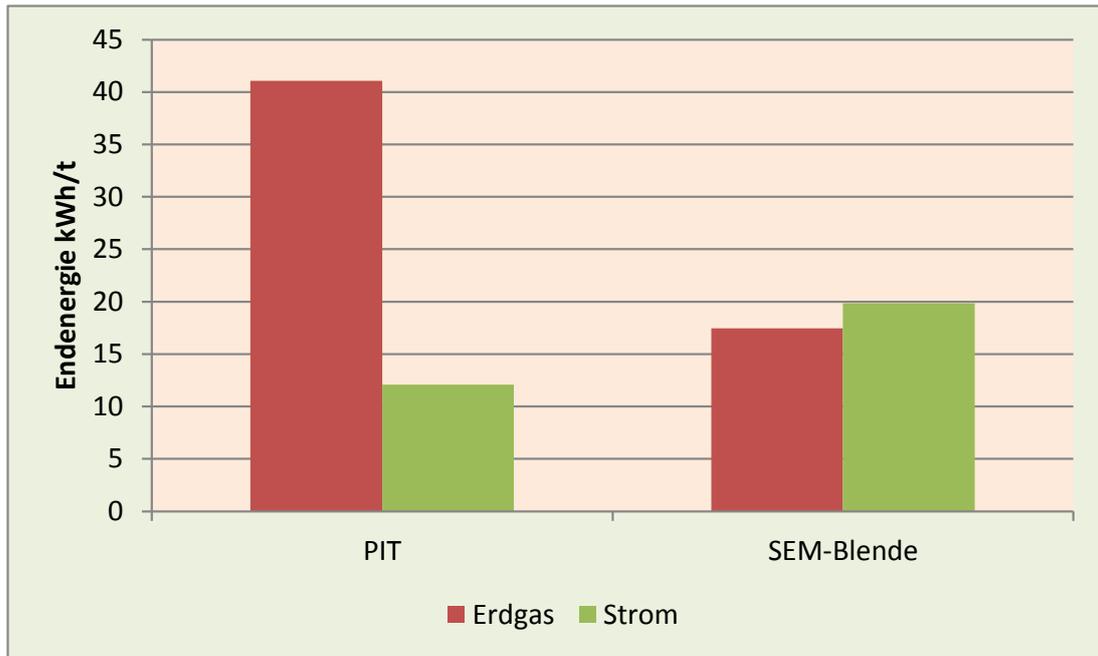


Abbildung 33: Einsparungen des SEM-Blendenverfahrens gegenüber PIT-Verfahren



**Abbildung 34: Energieträgeraufteilung der Verfahren**

## 7.2 Entwicklungsmöglichkeiten des spezifischen Energiebedarfs und der CO<sub>2</sub>-Emission

Die in Kapitel 8 genannten Energiebedarfsfaktoren und CO<sub>2</sub>-Emission für den SEM-Blendenbetrieb basieren auf den aktuellen Verhältnissen bei ACMOS, den Bedingungen der Laborversuche und den Emissions- und Primärenergiefaktoren 2018. An dieser Stelle soll ein Ausblick vorgenommen werden, wie die Faktoren sich verändern könnten, wenn folgendes angesetzt wird:

- angepasster Schmelzbehälter
- Reduktion des Druckes
- Reduktion der Primärenergie- und CO<sub>2</sub>-Emissionsfaktoren

### Angepasster Schmelzbehälter

Die o.g. Betrachtungen gehen davon aus, dass der Kessel 29 zur Herstellung der Schmelze verwendet wird. Die Wärmeverluste dieses Behälters wurden bilanziert. Kessel 29 ist für den SEM-Blendenbetrieb viel zu groß. Eine Volumenreduktion um ca. 66 % ist möglich (4,6 auf 1,5 m<sup>3</sup>). Dieses reduziert die Wärmeverluste.

Es wird angesetzt, dass die Wärmeverluste proportional zur Behälteroberfläche sind. Die Oberfläche eines angepassten Behälters reduziert sich um ca. 50 %. Die Behälterverluste des Kessels 29 liegen pro Charge gemäß Kapitel 7.1 bei 22,79 kWh. Für den angepassten Behälter werden Verluste von 11,4 kWh erwartet. In der Tabelle ist die Energiebedarfsprognose mit angepasstem Behälter zusammengefasst dargestellt.

Tabelle 5: Energiebedarfsprognose mit Energie- und CO<sub>2</sub>-Bilanz bei einem angepassten Behälter

<b>Nutzkältebedarf</b>	<b>72,6</b>	<b>kWh</b>		
<b>Nutzwärmebedarf</b>	<b>41,7</b>	<b>kWh</b>		
		<b>Wärme</b>	<b>Strom</b>	<b>Summe</b>
Nutzwärme	kWh	41,7		
Behälterwärmeverluste	kWh	11,4		
HD Pumpe	kWh		51,7	
Kälteerzeugung	kWh		20,5	
Kaltwasserpumpe	kWh		2,8	
Rührwerk	kWh		1,2	
Brenner	kWh		0,2	
Speisewasserpumpe	kWh		0,1	
Abgasverluste	kWh	2,2		
<b>Endenergiebedarf</b>	kWh	55,4	76,4	131,7
	<b>kWh/t</b>	<b>14,4</b>	<b>19,8</b>	<b>34,2</b>
<b>Primärenergiebedarf</b>	kWh	60,9	137,5	198,4
	<b>kWh/t</b>	<b>15,8</b>	<b>35,7</b>	<b>51,5</b>
<b>CO<sub>2</sub>-Emission</b>	kg	11,2	36,2	47,4
	<b>kg/t</b>	<b>2,9</b>	<b>9,4</b>	<b>12,3</b>

Der spezifische Endenergiebedarf reduziert sich von 37,3 auf 34,2 kWh/t (8,5 %).

#### Reduktion des Homogenisierdruckes

Die Energiebilanzen sind für den SEM-Blendenbetrieb von einem erforderlichen Druck von 500 bar ausgegangen. Eine Reduktion des Druckes scheint möglich ist, ohne dass die Produktqualität darunter leidet. Deshalb ist im Folgenden die Auswirkung der Druckreduktion auf den spezifischen Endenergiebedarf abgeschätzt worden.

Eine Druckreduktion erfordert in der Regel einen geringeren Strombedarf für die Pumpe. Der Zusammenhang zwischen Druck und Strombedarf ist fast linearer, wenn man jeweils eine druckoptimierte Pumpe einsetzt. Anders ist es, wenn man mit einem System verschiedene Drücke fahren will und die Pumpe auf den höchstmöglichen Druck ausgelegt ist. Bei geringeren Drücken verlässt diese Pumpe dann den Bereich der optimalen Kennlinie. Der Wirkungsgrad verschlechtert sich und der Strombedarf sinkt nicht in gleichem Maße. Bei großen Abweichungen kann es auch sein, dass keine Stromeinsparung erzielt wird. Genauer kann man sagen, wenn eine konkrete Pumpe bekannt ist und die Kennlinie zur Verfügung steht. Ein Universalsystem für sehr unterschiedliche Drücke wird danach keine hohe Energieeffizienz bringen, wenn der Druck vom optimalen Druck erheblich abweicht.

Neben der Auswirkung des Druckes auf den Pumpstrombedarf zeigt sich ein geringer Einfluss auf den Kühlbedarf, da die Emulsion bei geringerem Druck nach der Blende etwas kälter ist. Die Versuche beim KIT haben gezeigt, dass sich für eine Druckreduktion um 100 bar eine um 2 K geringere Emulsionstemperatur ergibt.

In der Tabelle 6 ist die Energiebedarfsprognose mit einem Pumpendruck von 400 bar zusammengefasst dargestellt. Hierbei wurde von einer jeweils optimalen Pumpe und einer Verringerung der Emulsionstemperatur um 2 K ausgegangen.

**Tabelle 6: Energiebedarfsprognose mit Energie- und CO<sub>2</sub>-Bilanz mit einem Pumpendruck von 400 bar**

<b>Nutzkältebedarf</b>	<b>64,6</b>	<b>kWh</b>		
<b>Nutzwärmebedarf</b>	<b>41,7</b>	<b>kWh</b>		
		<b>Wärme</b>	<b>Strom</b>	<b>Summe</b>
Nutzwärme	kWh	41,7		
Behälterwärmeverluste	kWh	22,8		
HD Pumpe	kWh		41,3	
Kälteerzeugung	kWh		18,2	
Kaltwasserpumpe	kWh		2,5	
Rührwerk	kWh		1,2	
Brenner	kWh		0,2	
Speisewasserpumpe	kWh		0,1	
Abgasverluste	kWh	2,7		
<b>Endenergiebedarf</b>	kWh	67,2	63,5	130,7
	<b>kWh/t</b>	<b>17,5</b>	<b>16,5</b>	<b>33,9</b>
<b>Primärenergiebedarf</b>	kWh	73,9	114,2	188,2
	<b>kWh/t</b>	<b>19,2</b>	<b>29,7</b>	<b>48,9</b>
<b>CO<sub>2</sub>-Emission</b>	kg	13,6	30,1	43,7
	<b>kg/t</b>	<b>3,5</b>	<b>7,8</b>	<b>11,3</b>

Der spezifische Endenergiebedarf reduziert sich von 37,3 auf 33,9 kWh/t (9,0 %).

### 7.3 Reduktion der Primärenergie- und CO<sub>2</sub>-Emissionsfaktoren

In Kapitel 8 wurde festgestellt, dass die Einsparung von CO<sub>2</sub> und Primärenergie deutlich geringer ist als die beim Endenergiebedarf. Dieses ist begründet auf den geänderten Energieträgerbedarf. Während beim PIT-Verfahren überwiegend Erdgas eingesetzt wird (78 % der Endenergie), wird beim SEM-Blendenverfahren überwiegend Strom eingesetzt (53 %). Die Bilanzen wurden mit den Energie- und Emissionsfaktoren 2018 erstellt. Der Primärenergie- und der CO<sub>2</sub>-Emissionsfaktor für Strom wird sich in Zukunft unter Beachtung der „Energiewende“ und der damit einhergehenden Veränderung des bundesdeutschen Stromsystems voraussichtlich erheblich verändern/reduzieren. Beim Erdgas werden keine relevanten Veränderungen erwartet sofern nicht regenerative Gase dem Erdgas beigemischt werden. Hierüber gibt es keine belastbaren Prognosen. Vor dem Hintergrund der erwarteten Veränderungen bei den Stromfaktoren muss man zur Ergebniseinschätzung auch einen Ausblick in die Zukunft vornehmen. In einer Kurzstudie für die HEA - Fachgemeinschaft für effiziente Energieanwendung e.V. „Der nichterneuerbare kumulierte Energieverbrauch und THG-Emissionen des deutschen Strom-Mix im Jahr 2017 sowie Ausblicke auf 2020 bis 2050“ vom November 2018 sind Prognosen zur Faktorenentwicklung angegeben (s. Tabelle ). Relevant sind die Spalten „KEV nicht erneuerbar“ und „THG Emission CO<sub>2</sub>“. Die Angaben hier entsprechen von der Definition her den Daten 2018 aus Kapitel 6.1.

Tabelle 7: KEV und THG-Emissionen von Strom für 2020 bis 2050 (Quelle: HEA - Fachgemeinschaft für effiziente Energieanwendung e.V.)

Option	kumulierter Energieverbrauch KEV kWhPrim/kWhel		THG Emission g/kWhel	
	nichtererneuerbar	gesamt	CO <sub>2</sub> Äq	CO <sub>2</sub>
Strom lokal 2017	1,75	2,45	515	491
Strom lokal 2020	1,44	2,18	378	359
Strom lokal 2030	0,65	1,6	193	182
Strom lokal 2050	0,05	1,15	21	19

Mit den Faktoren nach Tabelle ergeben sich die Einsparungen gemäß Tabelle und Abbildung 35. Als Basisjahr wird hier 2017 gewählt, um so eine Übereinstimmung mit der Datenreihe der Tabelle zu haben.

Tabelle 8: Entwicklung des spez. Energiebedarfes und der CO<sub>2</sub>-Emission des PIT- und SEM-Verfahrens 2017 bis 2030

		PIT	SEM-Blende	Einsparung	
					%
<b>2017</b>					
Endenergie	kWh/t	53,2	37,3	15,9	29,8
Primärenergie	kWh/t	66,3	53,9	12,0	18,0
CO <sub>2</sub> - Emission	kg/t	14,2	13,3	1,1	7,8
<b>2020</b>					
Endenergie	kWh/t	53,2	37,3	15,9	29,8
Primärenergie	kWh/t	62,6	47,8	14,8	23,7
CO <sub>2</sub> - Emission	kg/t	12,6	10,6	2,0	15,7
<b>2030</b>					
Endenergie	kWh/t	53,2	37,3	15,9	29,8
Primärenergie	kWh/t	53,0	32,1	20,9	39,5
CO <sub>2</sub> - Emission	kg/t	10,5	7,1	3,4	32,0

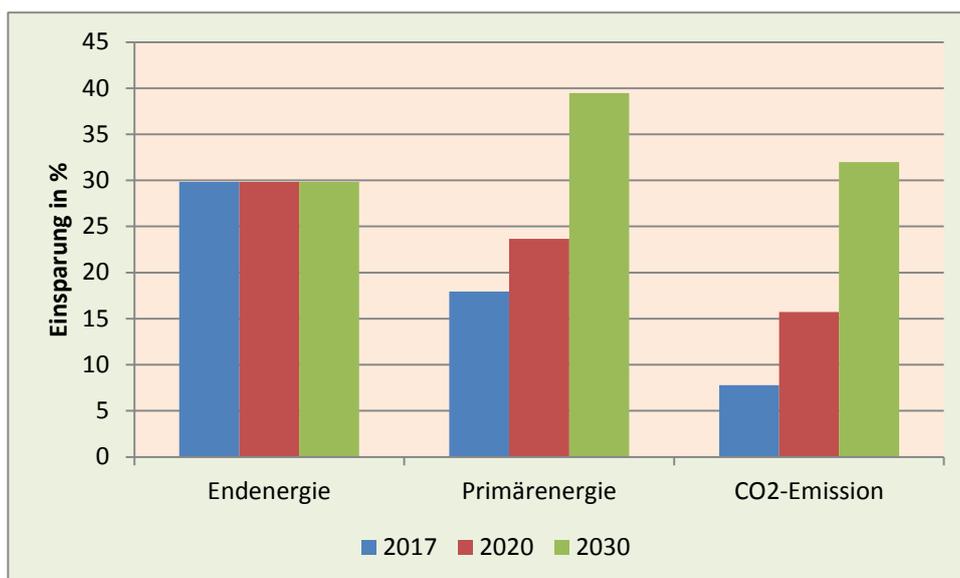


Abbildung 35: Prognose der relativen Einsparung des SEM-Blenden- gegenüber PIT-Verfahren von Endenergie, Primärenergie und CO<sub>2</sub>-Emission 2017 bis 2030

Durch die Reduktion der Faktoren ergeben sich für 2020 und 2030 bei der Primärenergie und der CO<sub>2</sub>-Emission deutlich höhere Einsparungen des SEM-Betriebes gegenüber 2017.

## **Fazit und Ausblick**

Es gelang in diesem Projekt einen neuen Emulgierprozess zu etablieren, der sowohl effizienter als auch umweltfreundlicher ist. Das Projekt konnte erfolgreich beendet und wesentliche Erkenntnisse für den geplanten Bau einer Produktionsanlage bei ACMOS gesammelt werden.

Das Projekt bewies, dass die SEM-Technologie generell geeignet ist, auch im großtechnischen Maßstab Trennmittel herzustellen. Die hergestellten Produkte zeigten in den Anwendungstest vergleichbare Resultate mit denen über das bei ACMOS etablierte PIT-Verfahren.

Es konnte die aus dem Vorprojekt ermittelte Energieeinsparung von ca. 30% der SEM-Technologie bestätigt werden.

Mittels dieser neuen Technologie ließen sich zudem, analog zum PIT-Verfahren, jeweils bis zu 10% an Emulgator- und Lösungsmittel ressourcen- und damit umweltschonend einsparen. Die Einsparungen könnten unter Verwendung einer anderen Regeltechnik u.U. noch höher ausfallen, jedoch leidet schon bei 10% Emulgator-Reduktion die Prozess-Reproduzierbarkeit und Langzeitstabilität.

Das Verfahren ist prinzipiell nicht nur auf die Herstellung von Trennmitteln beschränkt. So werden jährlich allein in Deutschland ca. 1.000.000 t an Wachs- und Paraffinemulsionen hergestellt. Für dessen Herstellung müsste jedoch die einzusetzende Geometrie der SEM-Blende für die jeweiligen Systeme u.U. angepasst werden.

Die erfolgreiche Realisierung dieses Projektes ist ein gutes Beispiel für eine nachhaltige Produktionsweise und einen produktionsintegrierten Umweltschutz, da sie zum einen durch weniger Energieeinsatz den CO<sub>2</sub>-Ausstoss senken hilft, die Umwelt durch reduzierten Einsatz von umweltbelastenden Rohstoffen schont und zum anderen hilft, Produktions- und Rohstoffkosten zu senken und damit die Wettbewerbsfähigkeit von ACMOS mit seinem deutschen Produktionsstandort zu erhöhen.

## Literaturverzeichnis

- [AFS04] Aguilar, F. A.; Freudig, B.; Schuchmann, H. P.: Herstellen von Emulsionen in Hochdruckhomogenisatoren mit modifizierten Lochblenden, Chemie Ingenieur Technik, 76, (4), S. 396-399, 2004
- [AKSS08] Aguilar, F. A.; Köhler, K.; Schubert, H.; Schuchmann, H. P.: Herstellen von Emulsionen in einfachen und modifizierten Lochblenden: Einfluss der Geometrie auf die Effizienz der Zerkleinerung und Folgen für die Maßstabsvergrößerung, Chemie Ingenieur Technik, 80, (5), S. 607-613, 2008
- [ARS16] Abramov, S.; Schuchmann, H.P.: Crystallization in Emulsions. A Thermo-Optical Method to Determine Single Crystallization Events in Droplet Clusters, Processes, 4, (3)
- [FS08] Frank, K.; Schuchmann, H. P.: Kleine Tropfen ganz groß: Emulgieren – bekannte Technologien mit Innovationspotential für neue Produkte, CIT plus, 1-2, S. 20-23, 2008
- [FT05] Freudig, B.; Tesch, S.: Tropfenzerkleinerung in Hochdruckhomogenisatoren in Emulgiertechnik 1, (Editor: Schubert, H.), S. 343-367, Behr's Verlag, Hamburg, 2005
- [K94] Karbstein, H.: Untersuchungen zum Herstellen und Stabilisieren von Öl-in-Wasser-Emulsionen, Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), 1994
- [KW99] Klyszcz-Nasko, H.; Wochnowski, H.; „Oberflächenphänomene nach Trennmittelapplikation“, 19. Schaumkunststoff-Tagung, Tagungsband: Polyurethan Formteile, neue Trümpfe im Wettbewerb, S. 149, Wiesbaden 1999
- [K02] Kessler, H. G.: Food and Bio Process Engineering - Dairy Technology, Verlag A. Kessler, München, 2002
- [KAHSS07] Köhler, K.; Aguilar, F. A.; Hensel, A.; Schubert, K.; Schubert, H.; Schuchmann, H. P.: Design of a Microstructured System for Homogenization of Dairy Products with High Fat Content, Chem. Eng. Technol., 30, (11), S. 1590-1595, 2007
- [KKSK08] Köhler, K.; Karasch, S.; Schuchmann, H. P.; Kulozik, U.: Energiesparende Homogenisierung von Milch mit etablierten sowie neuartigen Verfahren, Chemie Ingenieur Technik, 80, (8), S. 1107-1116, 2008
- [K10] Köhler, K.: Simultanes Emulgieren und Mischen, Logos Verlag, Berlin, 2010
- [KS11] Köhler, K.; Schuchmann, H. P.: Melt emulsification - is there a chance to produce particles without additives?, Particuology, 2011
- [S98] Stang, M.: Zerkleinern und Stabilisieren von Tropfen beim mechanischen Emulgieren, Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), 1998
- [TFS02] Tesch, S.; Freudig, B.; Schubert, H.: Herstellen von Emulsionen in Hochdruckhomogenisatoren - Teil 1: Zerkleinern und Stabilisieren von Tropfen., Chemie Ingenieur Technik, 74, (6), S. 875-880, 2002
- [U96] Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie 5 Auflage, Bd.23, S.269 und S.375, 1996