

Inhaltsverzeichnis

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

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

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

- 4.1.2.1 Stoffeigenschaften reiner Stoffe bei moderaten Drücken 174
- 4.1.2.2 Stoffeigenschaften reiner Stoffe bei erhöhten Drücken 176
- 4.1.3 Eigenschaften von Mischungen 178
- 4.1.3.1 Gemischeigenschaften 178
- 4.1.3.2 Phasengleichgewichte 179
- 4.1.4 Quellen der Stoffdatenbeschaffung 188
- 4.1.4.1 Literaturrecherche 188
- 4.1.4.2 Korrelierung oder Vorhersage 189
- 4.1.4.3 Messen von Stoffdaten 190
- 4.1.5 Diskussion 193
- Symbolverzeichnis 194
- 4.2 Festlegung des Verfahrensablaufs
und einzelner Verfahrensschritte 197
Ludwig Deibele

- 5 Apparaturen der einzelnen Grundoperationen 199**
- 5.1 Reaktionstechnik 199
Philip Bahke, Arno Behr, Andrzej Górak, Achim Hoffmann
- 5.1.1 Chemische Reaktionssysteme 199
- 5.1.1.1 Scale-up für homogene fluide Reaktionssysteme 199
- 5.1.1.2 Scale-up für heterogene Reaktionssysteme 204
Beispiel 212
- 5.1.2 Spezielle Verfahren 213
- 5.1.2.1 Scale-up von Bioreaktoren 213
Beispiel 215
- 5.1.2.2 Scale-up von elektrochemischen Reaktoren 216
Beispiel 217
- 5.1.2.3 Scale-up von Mikrowellenreaktoren 218
Beispiel 220
- 5.1.3 Integrierte Verfahren 221
- 5.1.3.1 Reaktivdestillationsverfahren 221
- 5.1.3.2 Homogen katalysierte Reaktivdestillation 222
- 5.1.3.3 Heterogen katalysierte Reaktivdestillation 223
- 5.1.4 Zusammenfassung 229
- 5.2 Fluidverfahrenstechnik 232
- 5.2.1 Destillation und Rektifikation 232
Ludwig Deibele
- 5.2.1.1 Verfahrenstechnische Grundlagen und technische Apparate 232
- 5.2.1.2 Destillation im Labor – Miniplant-Technik 239
- 5.2.1.3 Testen von Destillationskolonnen 250
- 5.2.1.4 Überlegungen zum Scale-up von Destillationskolonnen 258
- 5.2.2 Wärmeübertragung 263
Thomas Runowski
- 5.2.2.1 Grundlagen der Wärmeübertragung 263
- 5.2.2.2 Bauarten technischer Verdampfer 280

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

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

6 Betrieb von Miniplant-Anlagen 381

Juan R. Herguijuela

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

7 Beispiele von Miniplant-Anlagen 387

Juan R. Herguijuela

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

8 Geht es noch kleiner? 407

Andreas Pfennig

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

Sachverzeichnis 419