

AiF-Nr. 14422 N
Thema: Flash-Kristallisation als ein neues Verfahren zur Produktgestaltung
Forschungsstelle: Universität Karlsruhe
Institut für Thermische Verfahrenstechnik
Leiter des Projektes: Prof. Dr.-Ing. M. Kind
Betreut durch: AK 4
Laufzeit: 01.07.2005 – 30.06.2007

Zusammenfassung:

Innovative Produkte bieten Unternehmen die Möglichkeit auf den immer schnelllebigeren Märkten erfolgreich zu bestehen. Dabei ist es notwendig, geeignete Produktionsverfahren zu besitzen, die es erlauben, flexibel auf Wünsche des Marktes reagieren zu können. Staubarmut, Reinheit, Redispergierbarkeit, Fließfähigkeit sind Produkteigenschaften kristalliner Güter, die Kunden gerne flexibel entsprechend ihren Anforderungen angepasst hätten. Die entscheidende Größe bei der Kristallisation, mit der auf fast alle Produkteigenschaften Einfluss genommen werden kann, ist dabei die Partikelgrößenverteilung.

Für gut lösliche Stoffsysteme, wie z.B. Düngemittel, können mit den herkömmlichen Kristallisationsverfahren bisher Partikel in einer Größenordnung von 100µm bis etwa 2000µm erreicht werden. Für ein den Kundenwünschen angepasstes Produkt reicht jedoch häufig diese maximale Partikelgröße von 2000µm nicht aus. Größere Partikel können dann nur durch einen der Kristallisation folgenden Agglomerationsprozess erreicht werden. Für die Bildung fester Agglomerate sind jedoch möglichst kleine Partikel notwendig. Ab einer mittleren Partikelgröße von etwa 70µm können keine festen Agglomerate mehr gebildet werden. Für eine Agglomeration muss das zuvor kristallisierte Pulver aufwendig gemahlen werden. Wäre es möglich, direkt aus der Kristallisation ein agglomerierfähiges Pulver zu erhalten, könnte ein flexibler Prozess für kristalline Güter

realisiert werden, bei dem es in Form und Größe der Produktpartikel kaum Einschränkungen gibt, ohne dabei auf eine Mahlung zurückgreifen zu müssen.

Beim Flash-Kristallisationsprozess soll genau dies verwirklicht werden: Eine Kristallisation von gut löslichen Stoffsystemen in einer Größe, die einen erfolgreichen Agglomerationsschritt am Ende der Prozesskette vor der Trocknung erlaubt. Dabei muss aus wirtschaftlichen Gründen darauf geachtet werden, nicht zu kleine Kristalle herzustellen, da dies eine aufwendigere und somit teurere Fest-Flüssig Trennung notwendig macht. Ziel bei der Kristallisation muss also sein, ein agglomerierfähiges ($x < 70\mu\text{m}$) aber gut von der Mutterlauge abtrennbares ($x > 20\mu\text{m}$) Kristallinat zu erzeugen.

Mit den herkömmlichen Kristallisationsverfahren kann dies nicht erreicht werden, da dabei nicht die notwendige Keimzahl pro Volumeneinheit gebildet werden kann, die für so kleine Partikel notwendig ist. Grund dafür sind die kleinen Übersättigungen, die bei diesen Verfahren eingestellt werden, wodurch nur eine sekundäre Keimbildung auftritt. Für Partikel mit einer endgültigen Größe nach der Kristallisation im Bereich von $20\mu\text{m}$ – $70\mu\text{m}$ sind Übersättigungen nötig, die in der Eduktlösung eine heterogene oder sogar homogene Keimbildung induzieren.

Bei der Flash-Kristallisation wird dies erreicht, in dem man eine nahezu gesättigte Lösung bei erhöhtem Druck bis in die Nähe ihres Siedepunktes erhitzt und sie dann schlagartig entspannt. Dabei erreicht man eine Unterkühlung der Lösung um 60°C bis 100°C und somit die notwendigen Übersättigungen für die hohen Keimbildungsraten. Wie eine solche Kristallisation auszuführen ist, welche verfahrenstechnischen Bauteile notwendig sind und wie letztendlich entsprechend dem verwendeten Stoffsystem die Anlagen zu betreiben sind, wurde im Rahmen dieses Projektes untersucht. Dazu wurden eine diskontinuierliche Laboranlage und eine kontinuierlich arbeitende Pilotanlage aufgebaut.

In der diskontinuierlichen Laboranlage wurde an den Stoffsystemen Ammoniumsulfat-, Kaliumnitrat- und Adipinsäure-Wasser untersucht, wie sich Düsengeometrie, Übersättigung, Kristallisationstemperatur und Abdampfverhältnis auf die Partikelgrößenverteilung der Feststoffe auswirken. Es konnte gezeigt werden, dass mit diesem Konzept

Partikel mit der für die Agglomeration und Fest-Flüssig Trennung notwendigen Größe erzeugt werden können, ohne dabei Einbußen in der Reinheit zu haben.

Zu Demonstrationszwecken und zur Untersuchung von Scale-Up Faktoren und der Bildung von Verkrustungen wurde die kontinuierlich arbeitende Pilotanlage zur Flash-Kristallisation genutzt. Mit der Anlage konnte am Stoffsystem Kaliumnitrat-Wasser gezeigt werden, dass die Partikelgrößenverteilungen aus dem Labor nahezu identisch mit denen aus der Pilotanlage sind. Die sich mit der Zeit ausbildenden Verkrustungen können durch geeignete Bauweise oder Fahrweisen zu einem Großteil vermieden werden.

Mit der vorliegenden Arbeit kann die Machbarkeit des Flash-Kristallisationsprozesses eindeutig belegt werden. Es wurden die Grundlagen für eine Umsetzung des neuen Verfahrens in einen technischen Prozess geschaffen und erste Ansätze für eine Modellierung entwickelt.

Das Ziel des Vorhabens wurde erreicht.

Das Forschungsvorhaben Nr. 14422 N der Forschungs-Gesellschaft Verfahrenstechnik e.V. wurde im Programm zur Förderung der „Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF)“ vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie über die AiF finanziert.