

Ganz ohne Lösemittel

Syntheseverfahren in der konzentrierten Phase

Mit lösemittelfreier Prozessführung, dem sogenannten Dry Processing, lassen sich zwei entscheidende Ziele erreichen: umweltfreundliche Prozesse und eine deutliche Senkung der Investitions- und Betriebskosten. Die Schweizer Firma List konzentriert sich dabei nicht auf einzelne Verfahrensschritte, sondern auf den Prozess als Einheit, um eine ganzheitliche verfahrenstechnische und wirtschaftliche Optimierung zu erreichen.

Beim Dry Processing erübrigen sich sämtliche Lösemittelkreisläufe. Die Folge sind eine erhebliche Verringerung des Investitionsvolumens und Energieeinsparungen, namentlich beim CO₂-Ausstoß pro produzierte Tonne Wertstoff. Um die Vorteile des Dry Processing noch deutlicher aufzuzeigen, sei daran erinnert, dass in der Synthese mit Lösemitteln die Reaktionsmassen durch eine permanent niedrige Viskosität gekennzeichnet sind. Nur diese rheologische Eigenschaft und die Gewissheit, dass während der Synthese die Reaktionsmasse keinerlei Zustands- oder Phasenänderung aufweist, ermöglichen den Einsatz des bekannten Rührkessels (STR). Nach der vollzogenen Synthese erfolgt die Trennung des Lösemittels mit mechanischen Trennverfahren und einer nachgeschalteten Trocknung. Dies setzt aber voraus, dass nach der Synthese das Wertprodukt als Feststoff vorliegt und damit für eine mechanische Fest-Flüssig-Trennung ge-

eignet ist. In vielen Fällen werden diese Voraussetzungen allerdings nicht erfüllt, weshalb die Trennung des Lösemittels mittels thermischer Verfahren erfolgen muss. Erst danach wird das Lösemittel mittels Destillation aufbereitet und recycelt.

Industrielle Umsetzung

Das Dry Processing konzentriert sich auf die direkte lösemittelfreie Synthese und die anschließende Aufarbeitung der Produkte. Konkret bildet sich während der Reaktion eine viskose Phase, die in der Regel zu festen Endprodukten konfektioniert wird. Die industrielle Umsetzung von Dry Processing erfordert Technologien, die zähe plastische Phasen bewältigen. Dabei muss die Übertragung großer Wärmemengen pro Gewichtseinheit der Reaktionsmasse gewährleistet sein, um die Wärmetönung der Reaktionen zu beherrschen.



Die neue Generation der KneaderReactor-Technologie beherrscht unter anderem radikalische Polymerisationen

Die KneaderReactor-Technologie von List erfüllt diese Anforderungen und hat dies bereits industriell bewiesen. Beispiele dafür sind:

- Der Ersatz der Suspensionspolymerisation für die Produktion von SAP (Superabsorber Polymer) durch kontinuierliche lösemittelfreie Polymerisation
- Die Produktion von Lackharzen mittels Massepolymerisation anstelle von Lösungspolymerisation
- Stöchiometrische Xanthogenierung zur Herstellung von Cellulosefasern und Xanthaten
- Die Massepolymerisation von PLA (polylactic acid)



Bei kontinuierlicher und diskontinuierlicher Prozessführung trägt die stöchiometrische Verarbeitung in der konzentrierten Phase zur Prozessoptimierung bei

- Die Massepolymerisation von BR (butadiene rubber) anstelle von Lösungs-polymerisation
- Die Produktion von HMM (Hexamethylol Melamin) durch kontinuierliche nahezu stöchiometrische Synthese

Im Vergleich zu anderen Prozesseinheiten ist die KneaderReactor-Technologie durch ihre robuste Bauweise in der Lage, hohe Produktviskositäten ($>1000 \text{ Pa s}$) zu verarbeiten. Die höheren Viskositäten im Produkt führen bei geschickter Prozessführung zu hohen Raum-Zeit-Ausbeuten, da pro Volumen ein Maximum an Wärmeaustauschfläche zur Verfügung steht und gleichzeitig Lösemittel im Prozessstrom entfallen. Trotz des großen Verfahrensvolumens reinigt sich ein Knetter optimal selbst, was Produktverunreinigungen reduziert. Bei Produktwechseln fällt durch die Verarbeitung in der hochviskosen Phase ein Minimum an Ausschussprodukt an. Die Geometrie des Kneters sorgt zudem für eine enge Verweilzeitverteilung und die geschlossene Bauweise gewährleistet die Realisierung eines umweltgerechten Produktionsschritts unter kontrollierten Bedingungen. Die Vorzüge des Dry Processing lassen sich auch an einem konkreten Beispiel aufzeigen: Polymerisationen haben in Bezug auf die Produktqualität ein überdurchschnittlich hohes Anforderungsprofil. Maßgeblich für die Einhaltung vorgegebener Eigenschaften ist eine exakte Temperaturkontrolle des Produktes während der Synthese. In den Reaktoren kann diese durch eine optimierte Grenzflächen-erneuerung und durch den Einsatz einer Siedekühlung gewährleistet werden. In Pilotanlagen werden die Prozess- und



Prozessintensivierung
– die Reaktoren sind klein, einfach und flexibel einsetzbar

Produktparameter systematisch überprüft. Die industrielle Anlage kann danach punktgenau auf die Anforderungen des Produktes zugeschnitten werden. Die durch diese Technologie erreichbaren Produktqualitäten und die Lösemittelfreiheit ermöglichen die Erschließung neuer Applikationsfelder.

Erprobte Verfahrensentwicklung

Bei der Entwicklung neuer Verfahren setzt List auf einen mehrfach erprobten Weg. Zunächst wird das Verfahren zusammen mit dem Kunden auf seine Machbarkeit hin untersucht. Hierzu stellt List die für den Prozess geeignete Testanlage zur Verfügung. Ein hierfür eingerichtetes Testcenter garantiert die Ermittlung aussagekräftiger Versuchsergebnisse. Sind Chemie und Prozess ermittelt, findet eine Validierung in einer für ein Scale-up geeigneten Pilotanlage statt. In dieser Anlage werden auch Bemusterungsmengen hergestellt und die Daten

für die Maßstabsvergrößerung ermittelt. Bei der Entwicklung lösemittelfreier Polymerisationen ist zudem eine Unterstützung durch aussagekräftige Simulationsprogramme unerlässlich. List ist in der Lage, Kinetiken und Wärmebilanzen dynamisch zu simulieren. So kann bei der Prozessentwicklung die Richtung eines ersten Entwicklungspfades bereits vor dem ersten praktischen Versuch bestimmt werden. Aufgrund der Lösemittelsparung können schließlich auch wirtschaftlichere Herstellungsprozesse realisiert werden. Durch die höhere Raum-Zeit-Ausbeute, die Senkung des CO_2 -Ausstoßes, das Wegfallen der Aufbereitung des Lösemittels und durch den geringeren Personalaufwands werden die bereits angesprochenen Herstellungskosten signifikant gesenkt. Unternehmen, die nach diesen Verfahren produzieren, deklarieren ihre Produkte schon heute als „lösemittelfrei hergestellt“ und verschaffen sich damit einen Wettbewerbsvorteil.