

Portfolio zur Dokumentation des Lösungskonzeptes

Entwicklung eines Konzeptes zur elektrotechnischen Reaktorausstattung zur Produktion einer Acrylsäureverbindung mit definierten Produktmengen und Qualitätsmerkmalen

bearbeitet vom 06.06. bis 09.06. 2017

Fachbereiche:

Elektrotechnik  
Chemie  
Prozesstechnik

Verfasser:

Phillip Brefka,  
Jacob Dremel,  
Vivian Favresse, Diplom Regenerative Energiesysteme  
Max Langer, Diplom Elektrotechnik  
Paul Matteschek, Diplom Regenerative Energiesysteme  
Georg Meinhardt, Diplom Informationssystemtechnik  
Maurice Nerlich, Bachelor Chemie  
Theresa Perz, Diplom Lebensmittelchemie

Auftraggeber:

BASF Schwarzheide GmbH  
Technische Universität Dresden

Methodische Begleitung:

Erik Funke (Wirtschaftspsychologie)  
Linda Felsberg(Elektrotechnik)  
Felix Pischel(Chemie)

## Inhaltsverzeichnis

Einleitung.....	3
Konzeption zum chemischen Prozess.....	3
Konzeption zur Ausstattung und Umbau des Reaktors.....	5
Konzept zur Regelung der technischen Komponenten um den chemischen Prozess zu realisieren....	7
Konzept zur Kommunikation und Signalübertragung.....	9
Sicherheits- und Risikoüberlegungen.....	10
Kostenkalkulation und Wirtschaftlichkeitsschätzung.....	12
Erweiterungsgedanken und weiterführende Ideen.....	13
Zusammenfassung.....	13

## Einleitung

Der auf Chemie spezialisierte Konzern BASF zielt auf maximale Kundenzufriedenheit in Kombination mit wirtschaftlichem Erfolg. Dabei orientiert sich das nahezu in allen Branchen und auf allen Kontinenten vertretene Unternehmen an einem fundamentalen Konzept. Forschung, Innovationen und Optimierung, das sind die Schlagwörter, die BASF stets erfolgreich und effizient ans Ziel bringt. Aus diesem Grund arbeitet das Unternehmen unter anderem mit Instituten und technischen Universitäten zusammen. Der in der Lausitz lokalisierte Produktionsstandort BASF Schwarzheide GmbH gehört zu einer der größten BASF-Standorte Europas und bietet derzeit, Juni 2017, ausgewählten Studenten bestimmter Studienrichtungen der technische Universität Dresden, erste Einblicke und Perspektiven für den angehende Ingenieur und Chemiker. Das Projekt trägt den Namen "BeING Inside". Die Simulation des Ingenieurberufes arbeitet mit einer realen Aufgabenstellung. Es gibt eine klare Zieldefinition, mit einer gegebenen Anforderungsliste. Dazu kommt ein definierter Start- und Endtermin. Die Fachlich Interdisziplinären Teams sollen Ideen für die optimale Herstellung von Acrylsäurebutylester, welcher in Farben, Dichtstoffen, Beschichtungen, Klebstoffen, Brennstoffen, Textilien, Kunststoffen und Abdichtungen verwendet wird, erarbeiten. Dafür wird das verwendete Produktionsverfahren untersucht und ein wirtschaftliches und vor allem geeignetes chemisches Verfahren mit mess- und regelungstechnischer Ausrüstung konzipiert werden. Im Fokus liegt die technische Ausstattung, die Funktionsfähigkeit, Sicherheitsaspekte und die Realisierbarkeit.

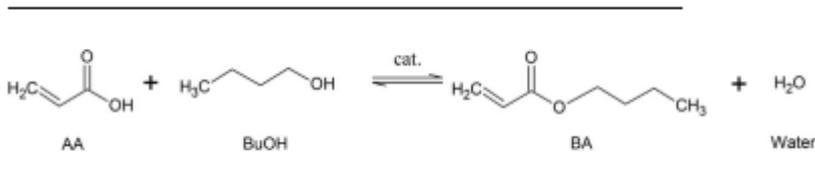
## Konzeption zum chemischen Prozess

Als Aufgabenstellung stand die Herstellung von n-Butylacrylat/n-Acrylsäurebutylester aus Acrylsäure und n-Butanol. Vorgegeben war die diskontinuierliche Arbeitsweise eines semi-batch Reaktors mit einem Volumen von 15 m<sup>3</sup>, der bis zu einem maximalen Füllstand von 80% befüllt werden durfte. Weiterhin ermöglichen drei Dosierungsleitungen mit jeweils einem Vortank das Befüllen und ein Doppelmantel durch Kalt-/Warmwasser das Temperieren des Reaktors. Das Rohprodukt wird nach dem Versuch aus dem Reaktor entlassen und in einem separaten Pufferbehälter gelagert bzw. gereinigt und aufbereitet.

Trotz des vorhandenen semi-batch Reaktors wurde sich für ein Konzept eines kontinuierlichen Prozesses entschieden. Dabei wurde sich auf ein Reaktivdestillationsverfahren gestützt. Der Reaktor selbst muss zunächst auf die Bedürfnisse dieses Verfahrens zugeschnitten werden. Für den chemischen Prozess ergeben sich drei wesentliche Änderungen. Statt der einmaligen Zuführung der Edukte durch zwei voneinander getrennte Leitungen, werden diese permanent durch die im Reaktor ringförmig angelegten Düsen eingeleitet. Es wird funktionalisiertes Aluminiumoxid als Feststoffkatalysator verwendet.

Die Acrylsäure ist dabei mit einem Inhibitor, der spontane Polymerisation verhindern soll, versetzt; das n-Butanol wird als azeotrope Mischung mit entionisiertem Wasser eingesetzt. Acrylsäure und Azeotrop werden parallel in den Reaktor geleitet. Beide treten zunächst in flüssiger Form auf; das Azeotrop verdampft jedoch durch seinen verringerten Siedepunkt beim Eintreten in den Reaktor. Dadurch findet die Reaktion nicht mehr als eine zweier Flüssigkeiten, sondern als eine eines Gases und einer Flüssigkeit statt. Diese mischen sich beim Einleiten in den Reaktor bereits beziehungsweise setzen sich zusammen auf dem Feststoffkatalysator fest. Dabei handelt es sich um ein Gewebe aus funktionalisiertem Aluminiumoxid, welches in Halterungen, für größere Oberfläche sternförmig, mittig im Reaktor angebracht ist. Das am Katalysator gebildete n-Butylacrylat fließt anschließend daran herunter in den unteren Teil des Reaktors. Der Reaktionsraum ist dabei durch zwei korrosionsgeschützte grobe Siebe vom oberen und unteren Teil des Reaktors getrennt. Im oberen Teil sammelt sich das Nebenprodukt der Reaktion, eine Mischung aus Wasserdampf und einer organischen Phase, und wird durch ein Rohr aus dem Reaktor in einen Nebentank geleitet. Dieses kann anschließend aufbereitet oder entsorgt werden.

Im unteren Teil sammelt sich das entstandene n-Butylacrylat. Dieses wird zunächst aufgefangen, kann aber ab einem gewissen Volumen kontrolliert abgelassen werden. Nach folgender Reaktionsgleichung läuft die Synthese ab.



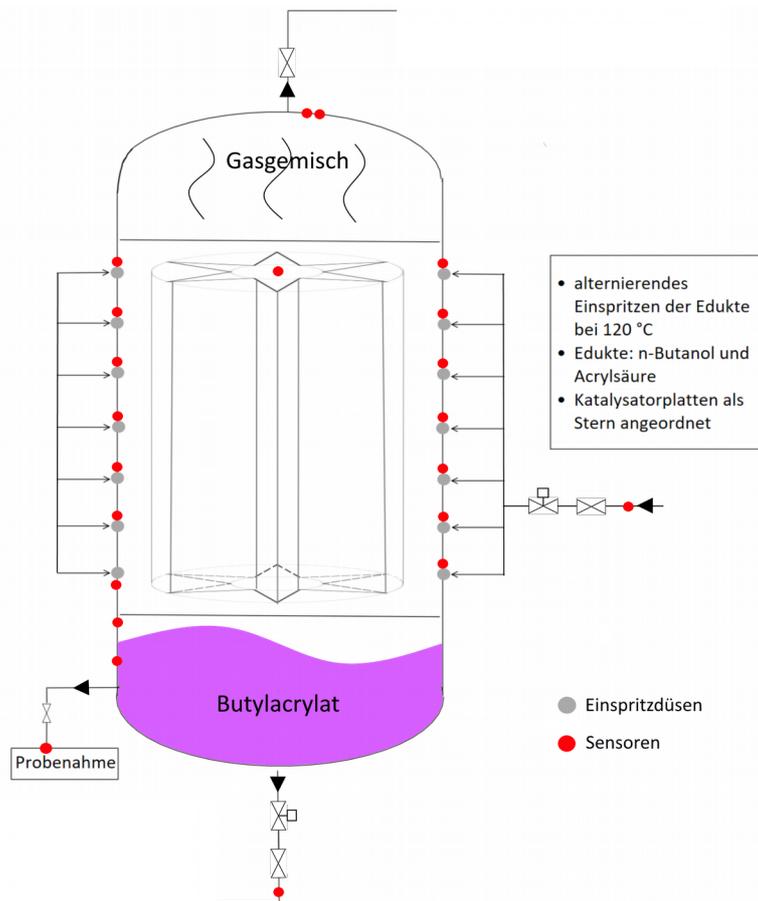
Quelle: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0009250913000481?via%3Dihub> Kap. 2, Abb. 1, 09.06.2017

Daraus ergeben sich die folgenden Vor- und Nachteile:

Vorteil	Nachteil
Einsparung der Rüstzeit durch kontinuierliches Arbeiten	Einmalige Inbetriebnahme des Reaktors zu Beginn des Arbeitszyklus notwendig
Höhere Produktreinheit durch das Verwenden eines Feststoffkatalysators, welcher nicht nachträglich vom Produkt getrennt werden muss	Anschaffungs- und Reinigungskosten bzw. -aufwand des Katalysators
Einsparung in der Aufbereitung durch genannte Produktreinheit	Geringe Aufbereitung nötig
Wirtschaftliches Nutzen der Ausgangsstoffe	Keine Gewährleistung der vollständigen Umsetzung der Edukte möglich
	Keine Aussage über die wirtschaftlichere Nutzung der Edukte im Vergleich zur herkömmlichen Methode möglich
Weniger Leistungsaufnahme durch Verwirbelung der Edukte beim Einspritzen	Komplexere Regelung
Gleichbleibende Produktqualität	
Gleiche Reaktionsbedingungen im gesamten Reaktor	

## Konzeption zur Ausstattung und Umbau des Reaktors

Der Reaktor muss für das kontinuierliche Reaktiv-Verfahren an mehreren Stellen umgebaut werden. Dazu gehören vor allem die Zuflussleitungen, Sensorik und das zu entfernende Rührwerk. Folgende Skizze veranschaulicht die Änderung beispielhaft:



Im Grunde ist der Reaktorkessel dadurch in drei Räume aufgeteilt. Der oberste Teil dient der Abgabe von entstehenden Gasen, die unter anderem wiederaufbereitet werden können, und dazu befinden sich hier diverse Sensoren, die den Prozess überwachen. Die Zuflussleitungen in dem Bereich werden nicht mehr benötigt.

Im zweiten Raum findet die eigentliche Reaktion statt. Da der chemische Prozess in kontinuierlichen Form mehrere Hürden aufwirft, muss dieser maßgeblich umgebaut werden. Die Zuflussleitungen sind hier angelegt und so konzipiert, dass an der Reaktorwand in regelmäßigen Abständen horizontal ringförmige, dünne Rohre verlaufen. Diese verfügen über Sprühdüsen, die eine gleichmäßig feine Verteilung der Chemikalien im Mittelteil des Reaktors ermöglichen. Das ist nötig und sinnvoll, sodass die Reaktion kontrolliert und schnell abläuft und keine ungewünschten Nebenprodukte entstehen.

Damit der chemische Prozess überhaupt mit der benötigten Geschwindigkeit vonstatten gehen kann, ist ein Katalysator nötig. In diesem Konzept ist dieser ein Feststoff, der an sich nicht von der Reaktion verbraucht wird und demnach fest im Reaktor verbaut werden kann. In Form von Platten, die sternförmig in der Mitte angeordnet und gestützt werden, wird mit möglichst wenig Material eine hohe Oberfläche für die Reaktion zur Verfügung gestellt. Aus diesem Grund muss das Rührwerk samt Motor entfernt werden. Daraus ergibt sich auch ein Vorteil, da dieses Bauteil in

Zukunft keine Wartung benötigt und anderweitig verwendet werden kann. Zuletzt befindet sich in diesem Bereich der Großteil der Sensoren, die eine sehr genaue Überwachung der Herstellung ermöglichen. Dazu gehören überwiegend Temperatursensoren. Im dritten und untersten Bereich befindet sich das Endprodukt, das kontinuierlich abfließt. Demnach muss nichts am Abfluss verändert werden. Um das Butylacetyl regelmäßig auf seine Qualität zu überprüfen, wird die Probenahme verwendet, an die ein dazu geeigneter Sensor angebracht ist. Damit ist es möglich, den Prozess unter anderem weiter zu steuern und zu optimieren.

Fast alle Leitungen sind mit Regelventilen ausgestattet, um den Transport von Flüssigkeiten und Gasen kontrollieren zu können. Zusätzlich sind an einigen Leitungen Absperrventile angebracht, um in bestimmten Situationen und Notfällen den Zu- und Abfluss komplett verhindern zu können.

In der Sensorik mussten die Größen Durchfluss, Druck, Füllstand und Temperatur erfasst werden. Für den Druck Sensor wurde das Prinzip des piezo resistiven Drucksensors gewählt, da der statische Druck relativ zu messen ist. Die hohe Einsatztemperatur stellt modernere Sensoren auch vor keine Hindernisse und der Sensor ist weit verbreitet in unterschiedlichsten Variationen verfügbar, somit sind keine teuren Sonderanfertigungen in diesem Bereich notwendig.

Für den Füllstand wird keine kontinuierliche, sondern nur eine Grenzwert Messung benötigt. Da der Grenzwert eine kritische Größe ist, wird auf zwei Systeme gesetzt, die redundant arbeiten. Für die ersten beiden Füllstände werden kapazitive Sensoren eingesetzt, da auf diesen Höhen zusätzlich zur Reaktorwand noch die Heizung durchbohrt werden müsste. Für den höchsten Grenzwert, der theoretisch nicht erreicht werden kann, wird die konduktive Messung eingesetzt, da die Heizung dort schon zu Ende ist und somit die Anbringung leichter und somit wirtschaftlicher wäre.

Die thermische Überwachung übernehmen zwei voneinander unabhängige Temperatursensortechnologien.

Für den Brandschutz wird der Platin-Temperatursensor verwendet. Dieser soll bei schnellem Temperaturanstieg, und Überschreitung eines einstellbaren Grenzwertes, Brandschutzmaßnahmen einleiten. Durch den großen Einsatzbereich von  $-200^{\circ}\text{C}$  bis  $800^{\circ}\text{C}$  sowie der guten Ansprechzeit eignet er sich hervorragend für diesen Anwendungsbereich. Des Weiteren ist er durch seine weite Verbreitung einfach und standardisiert zu beschaffen.

Die zweite Temperatursensortechnologie ist der PTC-Widerstand. Sein Einsatzbereich von  $60^{\circ}\text{C}$  bis  $180^{\circ}\text{C}$  ist für die Betriebstemperatur von  $100^{\circ}\text{C}$  geeignet. PTC-Widerstände finden in der Industrie als Übertemperaturwächter oft Anwendung, sodass sie einfach und standardisiert zu beschaffen sind. Sie sind nicht für sehr präzise Messungen geeignet, wofür NTC-Widerstände prädestiniert wären. Jedoch ist eine exakte Temperaturmessung nicht erforderlich. Dieser wird zur Detektierung von Hotspots im Reaktor eingesetzt, welche über die Regulierung der verschiedenen Ventile aufgelöst werden. Die PTC-Sensoren registrieren Temperaturabweichungen von der Normtemperatur  $100^{\circ}\text{C}$ , wodurch der Durchfluss an den Ventilen reguliert wird. Auf Höhe der Hotspots wird mehr Flüssigkeit eingespritzt, sodass und sie durch Verwirbelungen aufgelöst werden.

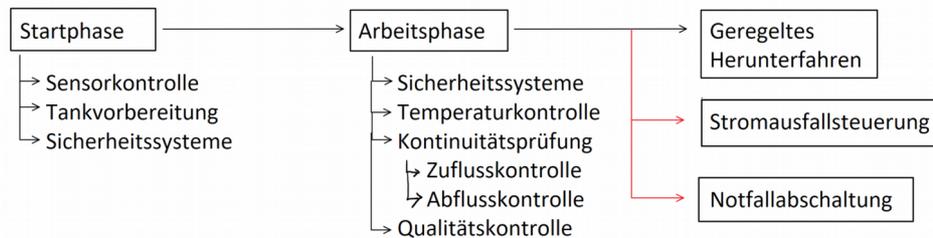
Als Durchflusssensor wird der Verdrängungszähler verwendet. Dieser besitzt eine Genauigkeit von 99,5% und ist von Temperatur, Druck und Strömungsprofil des Stoffes weitestgehend unabhängig. Die Viskosität des Stoffes muss bekannt sein, was in diesem Projekt gegeben ist. Aufgrund dessen, dass es sich um ein mechanische Prinzip handelt, kommt es zum Verschleiß am Verdrängungsrad. Somit kommt es im Laufe der Zeit zu steigenden Messungenauigkeiten, welche durch häufige Wartungen minimiert werden. Im Gegensatz dazu müsste man bei Verwendung des Ultraschallprinzips die Leitungsrohre statisch stärker befestigen, da es sonst zu starken Messungenauigkeiten durch Vibration kommt. Zwar sind Verdrängungszähler sehr

verschmutzungsanfällig, was bedeutet, dass sie durch verunreinigte Flüssigkeiten schnell verstopfen, jedoch sind die verwendeten Flüssigkeiten reine Stoffe, so dass dies keine Einschränkungen zur Folge hat.

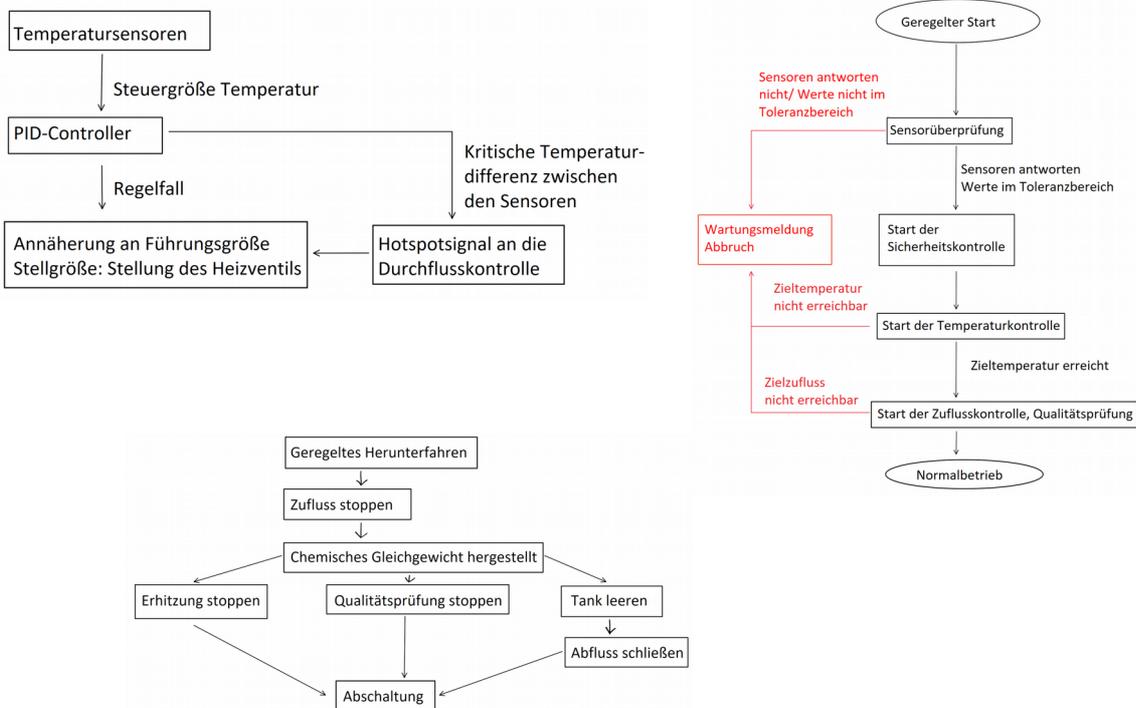
Alle benannten Sensoren müssen Korrosionsschutz besitzen und müssen dem ATEX Schutzstandard entsprechen.

**Konzept zur Regelung der technischen Komponenten um den chemischen Prozess zu realisieren**

Die kontinuierliche Produktion Butylacrylats lässt sich übersichtlich in drei Phasen unterteilen. Das sind die Start-, Arbeits-, und Abschaltphase. Die Phasen lassen sich weiterhin in Unterprozesse einteilen, die überwiegend parallel ablaufen. Dazu gehören insbesondere Datensammlung und Regelungsprozesse sowie ständige Sicherheitskontrollen. Im Folgenden werden der Gesamtprozess und einige wichtige Funktionen dargestellt.



Exemplarisch sind die Temperaturkontrolle und Abschaltvorgänge detailliert ausgeführt:



Die für die Regelung notwendigen Führungs-, Steuer- und Aufgabengrößen sind in nachfolgender Tabelle zusammengefasst:

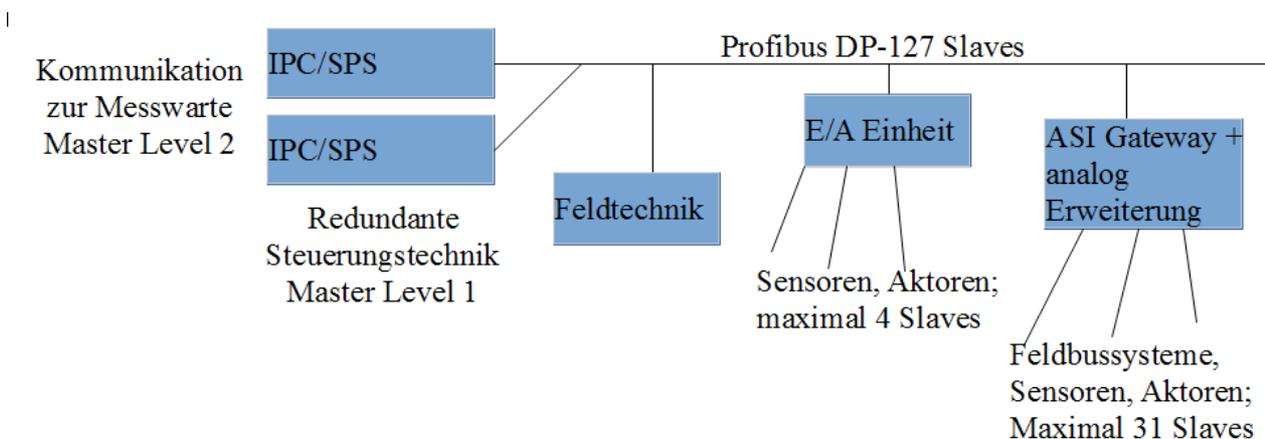
Methode/Logische Einheit des Regelungsschemas	Führungsgröße/ Sollwert	Regelgröße/ Istwert	Aufgabengröße	Aktorik	Funktion
Temperaturkontrolle	Arbeitspunkt Temperatur	Temperaturdifferenz zum eingestellten Arbeitspunkt	Heizflüssigkeit ab-/zuführen/ Zufluss der Komponenten	Impuls Regelventil Einspritzring, Zufuhr Heizflüssigkeit regeln	Vermeidung von Hotspots
Zuflusskontrolle	Temperaturkontrolle, Kontinuitätskontrolle	Temperatur entlang Einspritzung, Füllstände in Vortanks	Zufluss der Komponenten	Regel- und Sperrventil Zufluss(gesamt, Ringe)	regelt Einspritzung
Abflusskontrolle	Füllstand unter Maximalwert	konkrete Füllstände, Durchfluss in Abführohr	Regelung des Abflussventils	Regel- und Sperrventil Abfluss, Regelventil Zufluss(gesamt)	Abführung, Verhindert Überlauf
Kontinuitäts-überwachung	Füllstand in Vortanks, Füllstand im Reaktor	konkrete Füllstände	Regelung Zufuhr/Abfuhr	Regelventil Abfluss, Regelventil Zufluss(gesamt)	sichert kontinuierlichen Prozess
Abgaskontrolle	Normaldruck, Arbeitspunkt Temperatur	Druck, Temperatur gesamt	Abgas Ventil regeln/öffnen	Regel- und Sperrventil Abgas	Überdruck vorbeugen, Abgas abführen
Probe nehmen	Füllstand über Minimalwert	konkrete Füllstände	Öffnung Probeventil für bestimmte Zeit	Sperrventil Probe	Probe nehmen
geregelt Herunterfahren	Temperaturkontrolle, Kontinuitätskontrolle	Temperatur gesamt, Temperatur an Einspritzung, Füllstand, Durchfluss	Schließung der geregelten Zuläufe in Zeitintervall	Regel- und Sperrventil Zufluss(gesamt, Ringe)	kontrolliertes Ende ohne kritischen Zeitfaktor
Notabschaltung	Siedepunkt Rohprodukt erreicht, kritischer Sensorausfall, Brandmeldung, kritischer Druck im Reaktor, Lecks	Sensorverfügbarkeit, Druck gesamt, Durchfluss Zu-/Abfluss,	Zu-/Abfluss schließen, Wärmezuführung stoppen, Kältemittel einsetzen, Schutzgas, Druck über Abgase ablassen	Sperrventile öffnen/schließen	zeitkritisches Herunterfahren ggf. Mit Schutzgas
Qualitätsprüfung	Qualitätsprüfung nach Zeitraum wiederholen	Zeitschleife	Öffnung Probeventil für bestimmte Zeit, Untersuchung mit Brechungsindex	Sperrventil Probe	Probe nehmen

## Konzept zur Kommunikation und Signalübertragung

Zur Konzeption der Kommunikation bestehen grundsätzlich viele Möglichkeiten. Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei mögliche Ansätze näher ins Auge gefasst.

Der erste Ansatz thematisiert stark bereits bestehende Bussysteme und verwendet Basistechnologien zur Anbindung der Sensorik, Aktorik und Steuerungstechnik. Für die gesamte Kommunikation soll technologisch Profibus DP zu Grunde gelegt werden. Zwischen der Messwarte und dem Schaltraum kann die Verbindung mittels Kupfer (verdrillter Zweidraht) oder Fiber optic hergestellt werden. Nach einer eventuellen Signalwandlung wird vom Schaltraum aus in einer Baumtopologie die Feldtechnik ans Netzwerk angebunden.

Unten stehende Grafik veranschaulicht die Netzwerkstruktur.



Vorteile dieses System sind zum einen die einfache Integration anderer Feldbussysteme, bei denen beispielsweise ein ASI Gateway im übergeordneten Bus System als Slave, im unteren wiederum als Master agiert. Durch diese Kaskadierung kann die Gesamtanzahl von 127 Slaves deutlich vergrößert werden. Zum anderen ergibt sich dadurch eine besonders hohe Flexibilität bei Schnittstellen für die Anbindung von Sensoren und Aktoren. Weiterhin besitzt diese Netzwerk und Kommunikationsstruktur die Eigenschaft der Echtzeitfähigkeit.

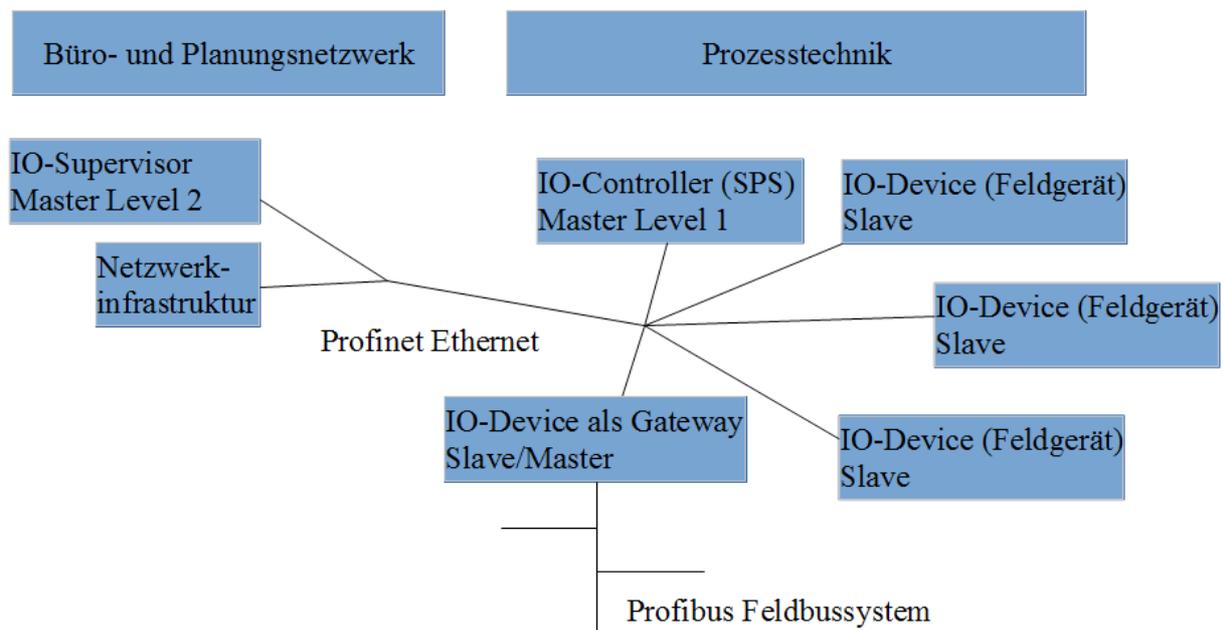
Zu beachten ist die Auslegung bei Übertragungsrates und Länge der Leitung, da insgesamt mit Profibus 130 Meter zwischen Messwarte und Schaltraum, sowie weitere 45 Meter bis zum Reaktor zu überwinden sind. Hier können mit 1,5 Mbit pro Sekunde 200 Meter ohne Repeater überwunden werden.

Nachteilig an diesem Kommunikationskonzept ist die veraltete Technologie und die beschränkte Übertragungsgeschwindigkeit mit maximal 12 Mbit/s bei Profibus DP.

Um einen Ausblick auf zukünftige Technologien anzubieten, stellt ein zweites Kommunikationskonzept die aktuelle technische Entwicklung im Rahmen von Industrie 4.0 dar. Hier soll das bereits vorhandene Firmeneigene Ethernet aus dem Büro- und Planungssektor in die eigentliche Anlagenautomatisierung ausgedehnt werden. Hier wird Industrial Ethernet mit Profinet CBA und IO vorgeschlagen. Für die Verbindung zwischen der Messwarte und dem Schaltraum kann dabei die für Ethernet typische Twisted Pair Leitung mit dem 100 Base TX Standard eingesetzt werden. Problematisch ist hier allerdings die begrenzte Leitungslänge von insgesamt ca 100 Metern ohne das ein Repeater zwischengeschaltet wurde. Hier muss also zwischen Messwarte und Schaltraum eine Auffrischung des elektrischen Signals vorgesehen werden. Alternativ ist hier auch die Anbindung mit Glasfaser möglich, die solche Problematiken in Dimensionen von ca 14 Kilometern verschieben würde. Für die Topologie des Netzwerkes gibt es

mehrere Möglichkeiten. Es kann eine Baumstruktur, Stern-, Bus-, Linien oder Ringtopologie verwendet werden. Hier wurde die Struktur eines Sterns beziehungsweise Baumes mit Industrieswitches vorgedacht. Für die Infrastruktur vom Schaltraum bis zum Reaktor kann Twisted Pair Leitung verwendet werden. Dadurch werden die eigentlichen Schnittstellen zur Sensorik und Aktorik mit Gateways vom Schaltschrank zum Reaktor verschoben. Profinet unterstützt dabei die Anbindung von anderen Feldbussystemen, von seriellen Schnittstellen wie RS 232, RS 422 und RS 485, sowie von digitalen und analogen Ein- und Ausgängen. Weiterhin ist die Nutzung von Power over Ethernet oder auch Luft als Übertragungsmediums im 2,4 und 5,1 Ghz Frequenzband möglich.

Die Struktur der Infrastruktur könnte folgender Maßen aussehen und zeigt die Anbindung eines Feldbussystems an das Industrial Ethernet:

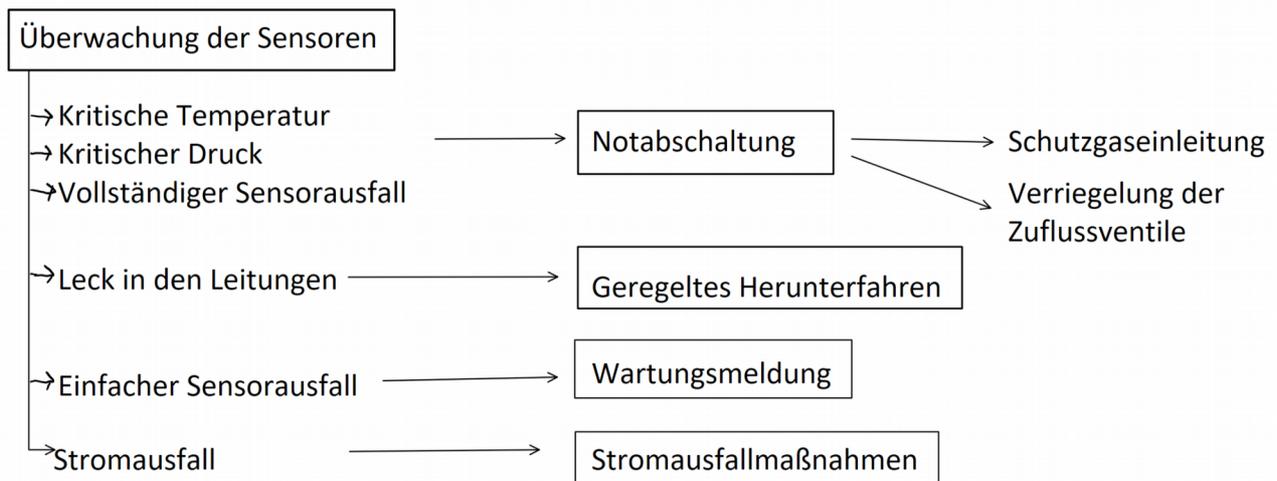


Vorteile dieser Infrastruktur sind die einfache Integration anderer Feldbussysteme, die Echtzeitfähigkeit, die Anbindung von Komponenten der Prozesstechnik mit TCP/IP Standards, sowie die deutlich höhere Bandbreite mit 100 Mbit pro Sekunde.

Als Nachteil kann gesehen werden, dass die Kommunikationswege entsprechend des aufkommenden Traffics ausgelegt werden müssen, sowie höhere Kosten für die Verkabelung und aktiven Netzwerkkoppelungselemente.

### Sicherheits- und Risikoüberlegungen

Die kontinuierliche Arbeitsweise eines Reaktors erfordert besondere Sicherheitsmaßnahmen im Gegensatz zum Semi-Batch-Verfahren. In diesem Abschnitt werden einige Gefahren und entsprechende Gegenmaßnahmen aufgelistet. Grundlegend lässt sich sagen, dass die Sensorik Aussagen darüber liefert, was im Reaktor vor sich geht. Anhand der davon gesammelten Daten werden Maßnahmen eingeleitet.



## Kostenkalkulation und Wirtschaftlichkeitsschätzung

### Materialkosten

n-Butanol, Acrylsäure, der Katalysator bestehend aus Aluminiumoxid, Inhibitor  
Aufgrund fehlender Errechnungsmöglichkeiten der Volumenströme (da es sich um ein kontinuierliches Verfahren handelt) können dazu keine Angaben gemacht werden.

14 Regelungsventile mit je	c.a. 1050EUR
4 Abschlussventile mit je	c.a. 330EUR
16 Sensoren für je	c.a. 110EUR
Regelungstechnik inkl. Kabel für	c.a. 1540EUR

### Entwicklungskosten

8 Ingenieure

8 Arbeitsstunden pro Tag	
Stundenlohn von 60 EUR	
Tage im Jahr: 250	GES: 960.000 EUR
Reaktor wird nach 5 Jahre linear abgeschrieben	÷ 5 = <b>192.000 EUR</b>

Aufwand	Tätigkeitsbereich
10%	Analyse und Design
10%	Projektmanagement
50%	chemisches Verfahren
15%	Diskussion
5%	Systemkonfiguration/ Regelung
10%	Dokumentation

### Bedienung und Instandhaltungskosten; keine Maschinen vorhanden

3 Mitarbeiter

Stundensatz: 50 EUR

Tage im Jahr: 24 mit 4 Stunden Einsatz (da es sich um ein kontinuierliches System handelt, reicht eine Kontrolle aller 2 Wochen)

GES: 4800 EUR → Optimalfall, es fallen zusätzliche Kosten durch Systemfehler an  
GES + Systemausfälle: **19800 EUR**

### **Erweiterungsgedanken und weiterführende Ideen**

- Rückführung des Butanol aus dem Destillat (Trennung von organischer Phase und wässriger Phase durch Zeolith-Keramik-Filter)
- Nutzung der Abkühlung der Abgase zur Erhitzung der Edukte (Wärmetauscher)
- Drehbare Lagerung des Katalysators zur besseren Homogenisierung der Reaktionsmischung
  - Initiierung der Eigendrehung des Katalysators durch Thermik
- Oberflächenvergrößerung des Katalysators
- Adaption des Designs zur leichteren Entnahme des Katalysators zur Aufbereitung
- Prozessoptimierung durch über längere Zeit erhobene Daten
- Fortführung der Forschung für einen optimierten chemischen Prozess
- Überdenken der Platzierung von Sensorik zur Detektion und Trinagulierung von Hotspots innerhalb des Reaktors mit gezielter Verwirbelung durch einzeln ansteuerbare Sprühdüsen
- Untersuchung des Prozesses vor Sicherheitsaspekten um Sensorgestützte Schutzmaßnahmen auszubauen
- Untersuchung des Brand- und Explosionsschutzes
- Prüfung der Qualität innerhalb des Reaktors
- Darstellung der aufgenommenen Messwerte konzipieren
- Kalkulation der Stromkostenkalkulation
- Schätzung oder Planung der Kosten für den Umbau des Reaktors

### Zusammenfassung

Die Problemstellung wurde durch ein kontinuierliches Herstellungsverfahren gelöst. Die Lösung der Problemstellung durch diese Methode stellt viele Vorteile dar, aber aufgrund der derzeitigen Forschung auf diesem Gebiet kann keine Aussage über eine vollständige Funktionsfähigkeit des Reaktors und des chemischen Prozesses getroffen werden. Auch der Umsatz, die Produktreinheit und die Kosten können lediglich abgeschätzt werden. Jedoch stellt diese Variante eine Innovation zum herkömmlichen Verfahren dar und könnte bei einem späteren Forschungsstand durchaus funktionsfähig sein.

### Quellen

<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0009250913000481?via%3Dihub>  
<http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/147230?lang=de&region=DE>  
<http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/b7906?lang=de&region=DE>  
<http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/234923?lang=de&region=DE>

sowie Literatur die im Rahmen des Projektes zur Verfügung gestellt wurde

## I. Gliederung

<b>Einleitung .....</b>	<b>1</b>
<b>Reaktorskizze und Legende .....</b>	<b>2</b>
<b>Chemische Reaktion und Bedingungen .....</b>	<b>4</b>
<b>Sensorik und Aktorik .....</b>	<b>6</b>
<b>Netzwerk .....</b>	<b>7</b>
<b>Sicherheit .....</b>	<b>8</b>
<b>Umwelt und Weiterverarbeitung .....</b>	<b>9</b>
<b>Kostenabschätzung .....</b>	<b>9</b>

## II. Einleitung

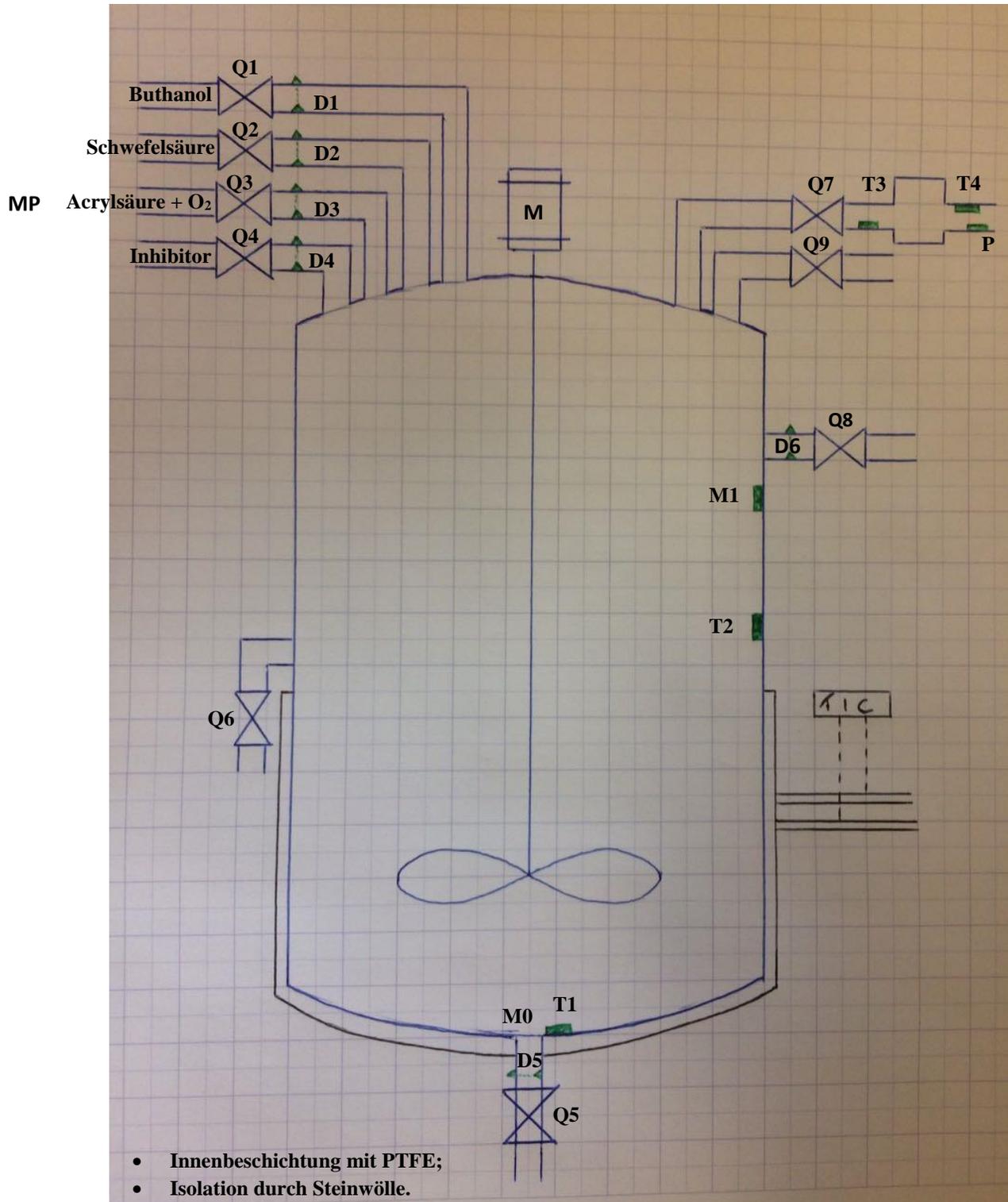
In folgendem Portfolio wird unser Konzept für eine elektrotechnische Reaktorausstattung vorgestellt. Im Reaktor soll die Reaktion von Acrylsäure und Butanol zu Butylacrylester verlaufen. Zuvor wurde der Reaktor zu einem anderen Zweck genutzt und soll nun sowohl den chemischen, als auch den automatisierungstechnischen Anforderungen angepasst werden.

Der Reaktor hat eine maximale Füllhöhe von  $12\text{m}^3$  und kann über einen Doppelmantel mit Heißwasser bzw. Kaltwasser temperiert werden. Eine Reinigung zwischen den Produktionszyklen ist nicht notwendig.

Für das Vorlegen, sowie das Entleeren des Reaktors kann ein Zeitintervall von jeweils 30 min. angenommen werden. Die chemische Reaktion ist nach 4 Stunden beendet. Das Rohprodukt wird nach dem Entleeren aus dem Reaktor in einem Pufferbehälter gereinigt, sowie aufbereitet.

Im Reaktor ist ein Propellerrührwerk vorhanden. Der zugehörige Motor ist defekt.

### III. Reaktionsskizze und Legende



Eingangsvariablen	Symbole n	Logische Zuordnungen	Lage
Start_Taste	START	Betätigung START=1	-
Leermeldung	M0	Behälter leer M0=1	Am Boden
Vollmeldung	M1	Behälter 80% M1=1	Höhe beim Volumen = 80%
Temperatursensor ( INT )	T1	T1 : [20°C,112°C]	Im Reaktor
	T2	T2 : [20°C,112°C]	Im Reaktor
	T3	T3 : [60°C,150°C]	Vor dem Destillier
	T4	T4 : [0°C,150°C]	Nach dem Destillier
Durchflusssensoren ( INT )	D1	Bestimmte Flüssigkeitsmenge von Butanol	Rohr des Ausgangsstoffes A
	D2	Bestimmte Flüssigkeitsmenge von Schwefelsäure	Rohr des Ausgangsstoffes B
	D3	Bestimmte Flüssigkeitsmenge von Acrylsäure	Rohr des Ausgangsstoffes C
	D4	Bestimmte Flüssigkeitsmenge von Inhibitor	Rohr des Ausgangsstoffes D
	D5	Bestimmte Flüssigkeitsmenge von Rohprodukt	Rohr des Rohproduktes
	D6	Bestimmte Menge von Überlaufventil	Überlaufrohr
Drucksensor	P	Bestimmte den Druck vom Druck in Destille	In Destille
Resetknopf	RESET	Betätigung RESET = 1	-
Ausgangsvariablen	Symbole n	Logische Zuordnungen	Lage
Zulaufventilen	Q1	Ventil von Butanol auf Q1=1	Rohr des Ausgangsstoffes A
	Q2	Ventil von H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> auf Q2=1	Rohr des Ausgangsstoffes B
	Q3	Ventil von Acrylsäure auf Q3=1	Rohr des Ausgangsstoffes C
	Q4	Ventil von Inhibitor auf Q4=1	Rohr des Inhibitors
Ablassventilen	Q5	Ventil des Rohproduktes auf Q5=1	Rohr des Rohproduktes
	Q6	Ventil der Probennahme auf Q6=1	Rohr der Probennahme
	Q7	Ventil der Destille auf Q7=1	Rohr der Destille
	Q8	Ventil des Überdruckes Q9=1	Überlaufrohr
	Q9	Ventil des Überlaufrohres Q8=2	Überdruckrohr
Druckluftpumpe	MP	Pumpe ein MP=1	Rohr des Ausgangsstoffes C
Rührmotor	M	Motor ein M=1	Im Behälter
TIC	TIC1	Heißwasser ein TIC1=1	-
	TIC2	Kaltwasser ein TIC2=1	-

## IV. Chemische Reaktionen und Bedingungen

### a. Chemische Grundlagen der Reaktionen

Zur Herstellung des Acrylsäurebutylesters wird eine Esterhydrolyse mit Säure von Acrylsäure und 1-Butanol durchgeführt. Als saurer Katalysator wird Schwefelsäure verwendet.



Um dabei eine möglichst hohe Ausbeute an Ester zu erzielen, wird das Wasser sowohl in die Gasphase überführt und abdestilliert, sowie der Butanol in 1,15fachen Überschuss verwendet um ein möglichst stationäres Ungleichgewicht zu erzielen, bei dem die Reaktion auf die Seite der Produkte verschoben wird.

Da Acrylsäure, Wasser und Butanol ein zeotropes Gemisch bilden, ist kein Schlepptmittel zur Wasserentfernung nötig. Daher wird die Reaktionslösung durch eine Ölheizung auf eine Temperatur von 278-283 K erhitzt, damit das Wasser zu verdampft. Eine höhere Temperatur ist nicht zu empfehlen, da es sonst schnell zur Verdampfung von Butanol ( $T_S=391$  K) kommen kann. Die Reaktion wird bei normalem Atmosphärendruck von etwa 101,3 kPa durchgeführt.

Risiko der Reaktion ist eine Polymerisation der Acrylsäure und des Esters. Diesem wird durch Zusatz von 4-Methoxyphenol, welches mit Sauerstoff angereicht wurde, als Inhibitor eingedämmt. Des Weiteren wird Butanol und Schwefelsäure vorgelegt und die Acrylsäure dosiert dazugegeben, sodass die statistische Wahrscheinlichkeit der Esterbildung steigt.

### b. Chemische Prozessführungen

Im ersten Schritt werden über die Dauer von 30 min Butanol und Schwefelsäure über die Leitungen 1 und 2 vorgelegt und im Reaktor auf 278-283 K erwärmt.

Danach wird über die Dauer von 30min die mit MeHQ versetzte und mit Sauerstoff angereicherte Acrylsäure zugegeben, sodass die Esterhydrolyse beginnt. Währenddessen wird der Wasserdampf über den Destillator abgeführt.

Nach weiteren 3h und 18min wird die Reaktion beendet und das Rohprodukt abgepumpt. Dies dauert 30min. Ist dies abgeschlossen kann der Prozess sofort wiederholt werden.

Insgesamt dauert ein Zyklus 4h und 40min, sodass in 24h der Prozess fünf mal durchgeführt werden kann.

Die Verkürzung der Reaktionszeit um 12min wird durch Verbesserung der Kinetik der Reaktion ausgeglichen. Dazu wurde die doppelte Menge Katalysator veranschlagt und die Reaktionstemperatur um 5K angehoben.

In Bezug auf einen durchgeführten Laborversuch werden für die Reaktion pro Zyklus folgende Mengen Chemikalien verwendet:

Acrylsäure: 4680 l (1 eq)

Schwefelsäure: 153 l (0,4 eq)

Butanol: 7170 l (1,15 eq)

MeHQ: 8,5 kg (1000ppm auf Acrylsäure)

Bei Annahme von 100%iger Umsetzung der Acrylsäure durch die gegebenen Reaktionsbedingungen ergibt sich darauf folgendes Rohprodukt:

Gesamtvolumen: 10793 l

Nicht umgesetztes Butanol: 930 l

Schwefelsäure: 153l (da Katalysator)

Ester: 9710 l

In der Destille sammeln sich etwa 1230 l Wasser.

So werden in 24 Stunden 48550 l Ester produziert, bei 54000 l Rohprodukt. Dies entspricht einer Ausbeute von 90 Prozent.

### c. Qualitäts- und Umsatzkontrolle

Die Qualitätskontrolle findet bei der Hälfte der Reaktionszeit und am Ende der Reaktion per coulometrischer Karl-Fischer-Titration statt, welche den

Wassergehalt im Ester bestimmt. Hier ist ein möglichst niedriger Wert anzustreben.

Die coulometrische Messung bietet sich aufgrund der bestehenden Automatisierung und dem geringen Probenvolumen von wenigen Mikrolitern aus.

Die Umsatzmessung erfolgt bei gleicher Entnahmezeit per automatisierter Refraktometrie. Diese Methode bietet sich an, da der Brechungsindex eine Linearkombination der prozentualen Zusammensetzung der Reaktionsmischung ist. Sollte bei halbzeitiger Messung der Wert niedriger sein als erwartet, so kann wenn gewünscht noch mehr Katalysator zugegeben oder die Temperatur erhöht werden.

## V. Sensorik und Aktorik

### a. Sensorik

In unserem Lösungskonzept werden folgende Sensoren zur Automation der Herstellung von Butylacrylat angewendet:

#### 1. Liquiphant

1. Die Sensoren befinden sich am Boden des Reaktors sowie auf Füllhöhe 80%.
2. Bohrung an der Reaktorseite ist benötigt, um den Sensor zu befestigen. Die Bohrung wird durch PTFE-Ring oder PTFE-Schicht versiegelt.

#### 2. Temperatursensoren

1. Vier Temperatursensoren werden benötigt, um die Temperatur des Gemisches und die Temperatur der Destille zu messen;
2. Zwei Sensoren werden im Reaktor befestigt, während die andere zwei Sensoren vor der Destille und nach der Destille befestigt werden;
3. Bohrung an Reaktorseite wird benötigt, um die Sensoren zu befestigen. Die Bohrung wird durch PTFE-Ring oder PTFE-Schicht versiegelt.

#### 3. Durchflusssensoren

1. Einsatz von sechs Durchflusssensoren
2. Messung der Einfüll- und Entnahmemengen
3. Redundantes System mit Füllstandsmesser, da Werte gegenseitig abgeglichen werden können um Sensorausfall zu kompensieren

#### 4. Drucksensoren

1. Ein Drucksensor wird in der Destille befestigt, um den Druck des Abgases zu messen.

### b. Aktorik

Folgende Aktorik ist in unserem Lösungskonzept:

#### 1. Ventile

1. Neun Ventile steuern die Flussmenge;
2. In jeder Leitung ist der Fluss per Ventil steuerbar.

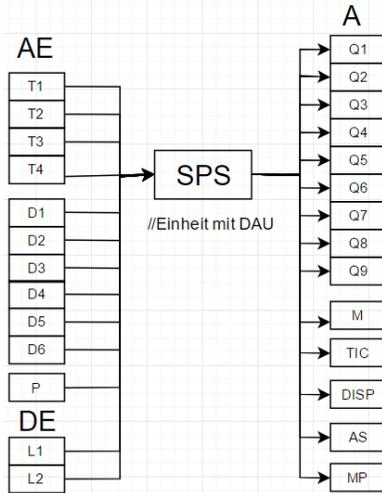
#### 2. Rührmotor

1. Ein Motor mit Leistung 50 kW wird benötigt, um die Mischung zu homogenisieren;
2. Über Messung der Rührmotorleistung lässt sich auf Viskosität des Gemisches messen.

#### 3. Motorpumpe

1. Einsatz von einer Motorpumpe zur Anreicherung der Acrylsäure mit Sauerstoff.

## VI. Netzwerk ( SPS )



### ÜBERSICHT :

Bem :

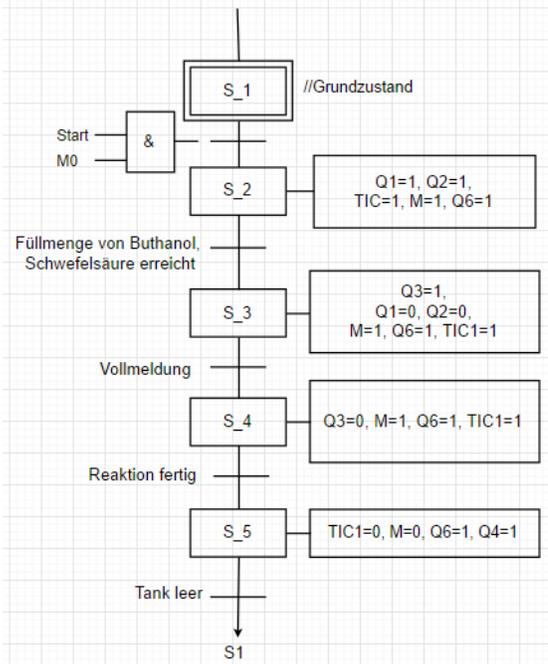
#### Digitale und Analoge Eingänge ( DE/AE )

1. L1 ... L2 : Liquiphant ( Fullstandmesser );
2. T1 ... T4 : Temperatursensoren 1 bis 4;
3. D1 ... D5 : Durchflußsensoren 1 bis 5;
4. P : Drucksensor.

#### Ausgänge

1. Q1...Q9 Ventilen 1 bis 9;
2. M : Motor des Rührers;
3. MP : Motorpumpe;
4. TIC : Temperaturkontrolle;
5. DISP : Bildschirm;
6. AS : Ampelsystem.

### PROGRAMMABLAUF :



## VII. Sicherheit

- Messung von Überdruck:
  - hohes Sicherheitsrisiko;
  - Abbruch der Reaktion –Warnsignal: rot;
- Messung von Unterdruck:
  - Schluss auf undichte Stelle im System;
  - Abbruch der Reaktion - Warnsignal: rot;
- Motorschaden:
  - Abbruch der Reaktion;
  - Warnsignal: gelb;
- Ausfall des Heizsystems:
  - Verhalten der Reaktion (Temperatur, Druck, Volumen) über Sensorik beobachten;
  - gegebenenfalls Reaktionen abbrechen, ansonsten kontrolliert zu Ende reagieren lassen - Warnsignal: gelb bzw. Rot;
- Messung zu hoher Temperatur:
  - Ventile (sofern noch offen) schließen;
  - Zugabe von Inhibitor, Kühlung des Systems -> keine Temperatursenkung;
  - Abbruch - Warnsignal: rot;
- Ausfall der Durchflusssensorik während des Einfüllvorganges:
  - keine Messbarkeit der eingefüllten Flüssigkeiten;
  - Abbruch der Reaktion Warnsignal: rot;
  - Ablauf eines Reaktionsabbruches:
    - Verschluss der Eingangsventile;
    - sofortiger Stop des Heizprozesses;
    - Ablassen des Gemisches als nichtbrauchbares Produkt;

## VIII. Umwelt und Weiterverarbeitung

Umwelt und Weiterverarbeitung sind wichtige Aspekte, die berücksichtigt werden, da nicht nur die Sauberkeit der Umwelt gewährleistet werden muss, sondern auch ein wirtschaftliches Interesse am Auffangen von entstanden Gasen besteht. So ist es beispielsweise möglich, dass ein Teil der Edukte auf diesem Weg zurückgewonnen werden kann.

Entstehende Gase, davon hauptsächlich gasförmiges Wasser, werden in einer Destille gesammelt und anschließend aufbereitet, d.h. die entstandenen Phasen werden getrennt und eventuell kondensierte Edukte werden zurück geführt.

Nach der Reaktionszeit wird das sich im Reaktor befindende Rohprodukt für die Gewinnung des Butylacrylates abgepumpt, in einem dafür vorgesehen Behälter und zunächst neutralisiert. Im Anschluss werden die Phasen getrennt und jede entsprechend aufbereitet. Auf diese Art und Weise können Rückstände von Edukten zurückgewonnen und wiederverwendet werden.

## IX. Kostenabschätzung

Unter der Berücksichtigung aller anfallenden Kosten, sowie des erwerbbaaren Umsatzes, ergibt sich folgende Kostenrechnung:

Nr.	Art der Kosten	Bestandteile	Summe in €/Jahr
1.	Anschaffungskosten	Sensoren + Aktoren + Motor + Isolation + Netzwerk	200.000
2.	Entwicklungskosten	Entwicklungsteam	173.000
3.	Laufende Kosten	Lohnkosten + Wartungskosten + Chemikalien + Strom	15.500.000
	<b>Summe Kosten pro Jahr</b>	<b>Anschaffungskosten + Entwicklungskosten + laufende Kosten</b>	<b>15.873.000</b>
Nr.	Art des Umsatzes	Bestandteile	
4.	Verkaufspreis	(Kosten pro Jahr + Gewinnaufschlag) : produzierte Stückzahl	1.200 €/m <sup>3</sup>
5.	Verkaufszahl	Verkaufte Menge Butylacrylat	17.500m <sup>3</sup>
	<b>Summe Umsatz pro Jahr</b>	<b>Verkaufspreis * Verkaufszahl</b>	<b>21.000.000 €</b>
6.	<b>Gewinn/Verlust im Jahr</b>	<b>Umsatz pro Jahr - Kosten pro Jahr</b>	<b>+ 5.127.000 €</b>

# INGenies

**Konzept für die Produktion von Butylacrylat für die BASF Schwarzheide**



Inhalt:

1. Aufgabenstellung
2. Chemischer Hintergrund
  - 2.1 Stabilisierung gegen Polymerisation
3. Mess- und Führungsgrößen
4. Umsatz- und Qualitätskontrolle
5. Berechnung der Mengen
6. Aufbau des Reaktors
7. Rührwerk
8. Ablauf eines Durchgangs
9. Informationsaustausch
10. Sicherheitsaspekte
  - 10.1 allgemeine Sicherheitshinweise
  - 10.2 Reagieren im Störfall
11. Umweltaspekte
12. Kostenabschätzung

## 1. Aufgabenstellung

Der vorhandene Reaktor wurde von uns für die Umstellung auf die Butylacrylatproduktion optimiert. Im Folgenden wollen wir unser Konzept darstellen.

## 2. Chemischer Hintergrund

Im Reaktor soll Butylacrylat hergestellt werden. Edukte hierfür sind Acrylsäure und Butanol. Als Katalysator soll Schwefelsäure verwendet werden, deren Protonen die saure Veresterung beschleunigen.

Es handelt sich um eine Gleichgewichtsreaktion.

Durch das Abführen von Wasser wird das Gleichgewicht auf die Seite des gewünschten Reaktionsproduktes verschoben.

Die durch Schwefelsäure indizierte möglicherweise auftretende Polymerisation wird durch den Einsatz eines Stabilisators, welcher sowohl der Acrylsäure, also auch dem Reaktionsgemisch während der Reaktion und dem Rohprodukt zugesetzt wird.

Die benötigte Energie wird in Form von Wärme durch die Mantelheizung zugeführt. Die Heizung wird auf Öl umgestellt. Die Temperatur im Kessel wird konstant auf 110°C gehalten.

Zuerst werden Butanol und Schwefelsäure vorgelegt. Anschließend die Acrylsäure zudosiert.

Durch die langsame Zudosierung wird eine Polymerisation der Acrylsäure – indiziert durch die Schwefelsäure – vermieden.

Während der Reaktion bildet sich über der flüssigen Phase ein Gasgemisch aus, das hauptsächlich aus dem Azeotrop Butanol/Wasser besteht.

Dieses besitzt eine Siedetemperatur von ca. 94°C.

Zusätzlich enthält der Dampfraum geringe Anteile an gasförmiger Acrylsäure sowie Butylacrylsäureester.

Im Reaktor herrscht Magerluftatmosphäre: 90% Stickstoff + 10% Sauerstoff.

Der Sauerstoffanteil ist wichtig für die Wirkung des Stabilisators MeHQ.

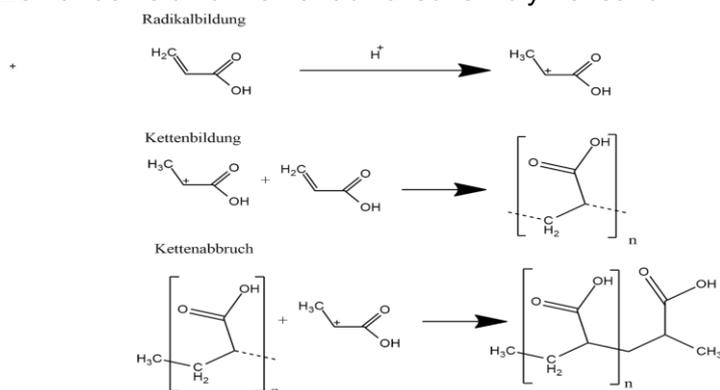
Das Azeotrop wird abgeleitet in eine angeschlossene Destillationsanlage, wo der Leichtsieder Wasser vom Butanol (+anderen geringen Bestandteilen) getrennt wird. Die nicht wässrige/organische Phase wird dem Reaktionsgemisch zurückgeführt.

Durch den Überschuss an Edukt (Rückführung Butanol) und das Ableiten eines Produkts kann man von einem nahezu vollständigen Umsatz und einer hohen Ausbeute von annähernd 100% gerechnet werden.

### 2.1 Stabilisierung der Acetylsäure sowie des Esters gegen Polymerisation

Sowohl Acrylsäure als auch der gebildete Ester neigen zur Polymerisation.

Es handelt sich um eine radikalische Polymerisation mit nachfolgendem Mechanismus:



## Team Hellblau

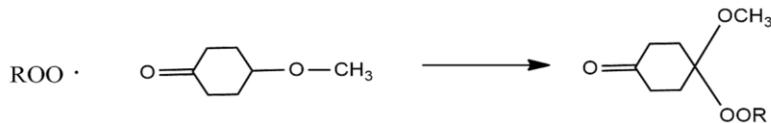
Dies ist nicht gewünscht und muss unterbunden werden.

Als Inhibitor wirkt Sauerstoff, der als Diradikal unter Bildung von Peroxodimeren die Polymerisation der Stoffe an sich unterbindet. Kombiniert mit einem Stabilisator – wir entschieden uns für MeHQ – kann die ungewünschte Polymerisation unterbunden werden.

Radikalbildung



Kettenabbruch



Die Acetylsäure wird bereits während der Lagerung mit einem Anteil MEHQ versetzt. Außerdem wird der Lagerbehälter gut mit Luft durchmischt um den Sauerstoffverbrauch auszugleichen. Die Acrylsäure wird zu Beginn des Prozesses langsam zudosiert, um die Radikalbildung aufgrund der Schwefelsäure zu vermindern.

Außerdem wird das Reaktionsgemisch mit Magerluft mit einer Gaszusammensetzung von 90% Stickstoff und 10% Sauerstoff durchspült

Bei der Polymerisation handelt es sich um eine stark exotherme Reaktion. Der Beginn wäre also durch einen Temperaturanstieg im Reaktor gekennzeichnet. Durch Kontrolle der Temperatur kann eine eventuelle Polymerisation frühzeitig erkannt und dementsprechend durch zusätzliche Stabilisatorzugabe reagiert werden.

### 3. Mess- und Führungsgrößen

Zur Überwachung und Steuerung des Prozesses wurden an verschiedenen Stellen Sensoren eingebaut.

Diese werden teilweise automatisch verarbeitet, es ist jedoch auch ein Eingreifen aus der Messwarte möglich.

Sichergestellt ist, dass die Mitarbeiter in der Messwarte alle Werte online verfolgen können.

Alle Daten werden in der Messwarte verarbeitet, dokumentiert und gespeichert.

Die folgende Tabelle zeigt alle erfassten Messgrößen:

Messgröße	Stelle	Grenzwert	Konsequenz	Anzeige	gesteuert durch Messwarte/SPS	
Temp.	TIC  Thermometer	>150° <100° >130° dazwischen  <100°	Kühlen Heizen Kühlen Optimal  Heizen	Info-Tafel und Messwarte	X	X
Durchflussmesser (DLZ)	A B K S P N	53,3l =7,05 m <sup>3</sup> =0,15 m <sup>3</sup> k.A =9,97m <sup>3</sup> k.A	Ventil zu	Messwarte	X	X
Viskosität	Motor	> Normal Normalbetrieb < Normal	S hinzugeben nichts k.A	Messwarte	X	X
Füllstand	gef. Radar Pumpe  Schwimmer	=80% nichts zu pumpen gibt Signal	Ventile zu P zu	Messwarte /Info-Tafel	X	X
Druck	Druckmesser	zu hoch zu niedrig		Messwarte/Info-Tafel	X	X

#### 4. Umsatz- und Qualitätskontrolle

Um den Fortgang der Reaktion zu kontrollieren, werden in regelmäßigen Abständen durch dementsprechendes Personal Proben genommen und im Labor untersucht.

Ein guter und schnell zu bestimmender Parameter ist hier die Brechzahl der Probe.

Die unterschiedlichen Stoffe besitzen folgende Brechzahlen:

n(Butanol) =1,4224

n(Acrylsäure) =1,3988

n(Butylacrylat) =1,4185

Es wird also eine Brechzahl der Mischung die im Bereich von 1,4 liegt bestimmt werden. Da zum Ende im Gleichgewicht nach vollständigem Verbrauch der Acrylsäure die Konzentrationen konstant sind, wird sich auch die bestimmte Brechzahl nicht mehr ändern.

Somit bedeutet ein Ende der Veränderung der Brechzahl auch ein Ende der Reaktion.

Weiterhin kann im Rohprodukt und im aufbereiteten Endprodukt die Brechzahl ein Indikator für die

## Team Hellblau

Reinheit sein.

Diese kann außerdem durch Untersuchung mit einer Gaschromatographie oder HPLC-Anlage in einem dafür ausgelegten Labor bestimmt werden.

Den Wassergehalt, sowie OH-Zahl können durch Karl-Fischer-Titration bestimmt werden.

### 5. Berechnung der Mengen und Dosierung

Wir gehen von einer Füllmenge des Reaktors von 80% aus, was einem Volumen von 12 m<sup>3</sup> entspricht.

Wir arbeiten mit einem 10%igen Überschuss an Butanol und einem Anteil der Schwefelsäure von 4%.

Zuerst wurde ermittelt wie viel molar der Ansatz ist.

$$12\text{m}^3 = n \times \left( \frac{\omega(\text{Butanol}) \times M(\text{Butanol})}{\rho(\text{Butanol})} + \frac{\omega(\text{Acrylsäure}) \times M(\text{Acrylsäure})}{\rho(\text{Acrylsäure})} + \frac{\omega(\text{Schwefelsäure}) \times M(\text{Schwefelsäure})}{\rho(\text{Schwefelsäure})} \right)$$

$$12\text{m}^3 = n \times \left( \frac{1,1 \times 74,12\text{g/mol}}{0,81\text{g/ml}} + \frac{1 \times 72,06\text{g/mol}}{1,05\text{g/ml}} + \frac{0,04 \cdot 98,08\text{g/mol}}{1,84\text{g/ml}} \right)$$

$$12\text{m}^3 = n \cdot (100,66 + 68,63 + 2,13)\text{ml/mol}$$

$$n = \frac{12 \cdot 10^6\text{ml}}{171,42\text{ml/mol}} = 70003,5\text{mol}$$

$$V(\text{Butanol}) = 7,05\text{ m}^3$$

$$V(\text{Acrylsäure}) = 4,80\text{ m}^3$$

$$V(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,148\text{m}^3$$

Da wir von einem vollständigen Umsatz der Ausgangsstoffe ausgehen, ergibt sich so eine theoretische Ausbeute von

$$V(\text{Rohprodukt}) = 12\text{m}^3 - \frac{70003,5\text{mol} \cdot 0,5 \cdot 18\text{g/mol}}{1\text{g/ml}} \cdot 10^{-6}$$

$$V(\text{Rohprodukt}) = 11,36\text{m}^3$$

$$V(\text{Produkt}) = 12\text{m}^3 - \frac{70003,5\text{mol} \cdot 0,5 \cdot 128,17\text{g/mol}}{0,9\text{g/ml}} \cdot 10^{-6}$$

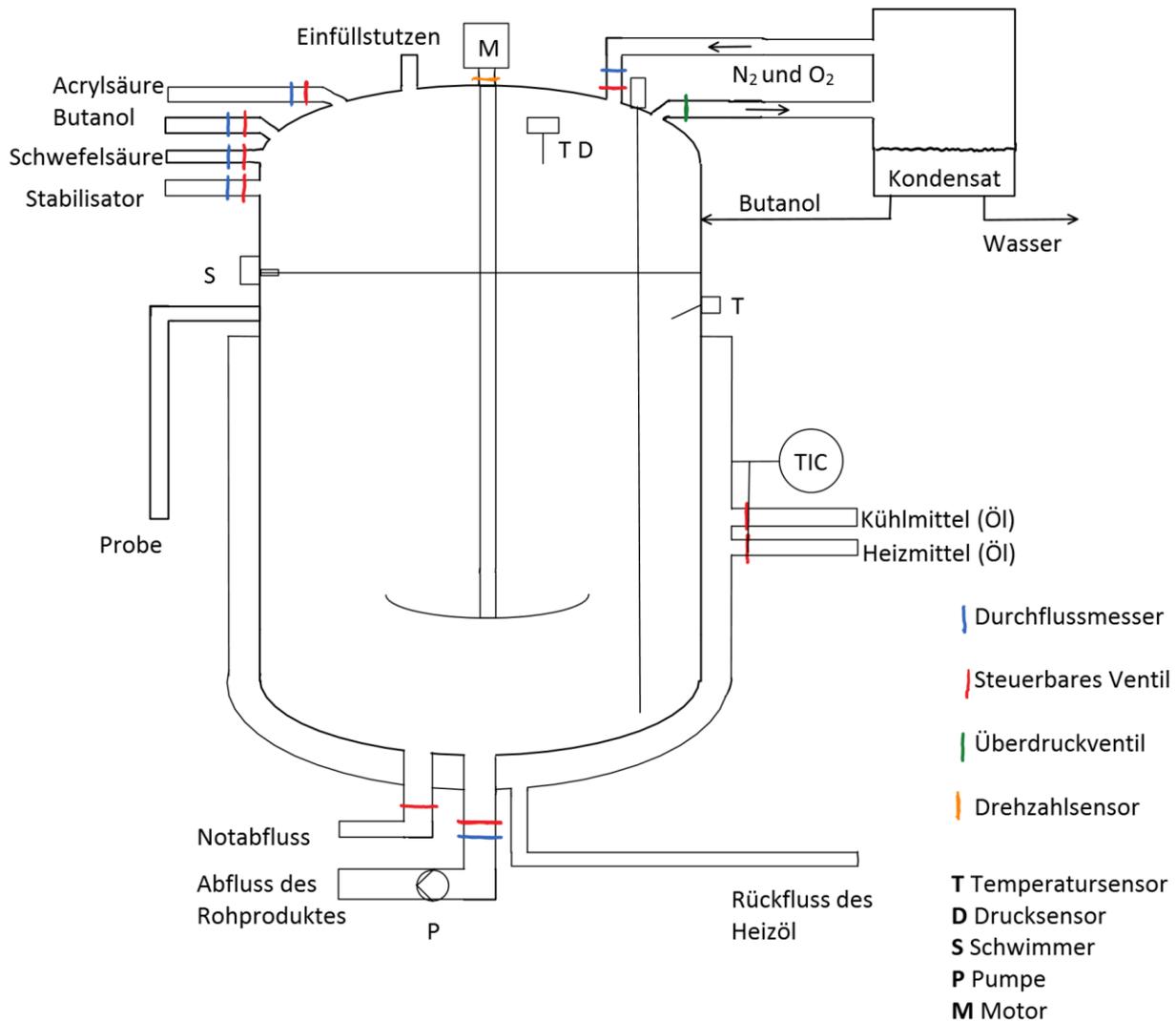
$$V(\text{Produkt}) = 9,97\text{ m}^3$$

Dies entspricht einer Ausbeute von 87,76%

Wenn man davon ausgeht, dass die Anlage permanent betrieben wird und kompletter Durchgang der Herstellung 5 Stunden dauert, kann man von 4 – 5 Durchgängen pro Tag ausgehen.

Das bedeutet eine täglich hergestellte Menge an Butylacrylat von 49,85 m<sup>3</sup>.

6. Aufbau Reaktor



Als Grundlage haben wir den ursprünglichen Reaktor verwendet.

Es gibt jeweils einen Zulauf für das Butanol, für die Acrylsäure, für die Schwefelsäure (Katalysator), für den Stabilisator und ein für das Gasgemisch aus Stickstoff und Sauerstoff. Die Zuleitungen besitzen jeweils einen Durchlaufmesser und ein steuerbares und abschließbares, elektromagnetisches Ventil, womit die Zuläufe geregelt werden. Desweiteren gibt es ein Ablauf für das Dampfgemisch, welcher ein Überdruckventil für den Druckausgleich beinhaltet.

Auch der Anschluss für die Probeentnahme bleibt erhalten.

Der Reaktor soll durch Öl geheizt werden. Die Öltemperatur wird so geregelt, dass die Innentemperatur im Reaktor auf die Wunschttemperatur einstellt. Die Zuleitung für das kalte Öl ist für den Notfall der Überhitzung. Die steuerbaren Ventile bleiben erhalten.

Der Ablauf am Boden des Reaktors wird durch ein pneumatisches Ventil geschlossen. Dieses kann größere Kräfte aufnehmen, die durch das Produkt entstehen. Vor dem Ventil ist eine Pumpe angeschlossen, die sich bei Trockenlauf abschaltet. Dadurch erhält das Ventil die Information, dass es sich schließen soll. Der Durchflussmesser misst, welches Volumen das Rohprodukt besitzt.

Auch am Boden des Reaktors befindet sich ein Notabfluss.

Im Reaktor befindet sich der Rührer, der durch den Motor angetrieben wird. Der Drehzahlmesser

## Team Hellblau

kontrolliert die Drehzahl des Motors, damit diese möglichst konstant bleibt.

Im Bereich des Dampfraumes sind ein Druck- und ein Temperatursensor angebracht. Dadurch kann die Gasphase überwacht werden.

Ein Schwimmer überwacht die maximale Füllmenge auf Höhe von 2,31m des Reaktors und gibt bei Erreichen von 80% des Gesamtvolumens ein Signal. Zusätzlich kann das geführte Radar kontinuierlich den Füllstand des Reaktors während des gesamten Betriebes messen. Das geführte Radar ist am Rand des Reaktorinneren angebracht, sodass es nicht mit dem Rührer zusammenstößt.

Der Temperatursensor für das Reaktionsgemisch ist oberhalb des Doppelmantels angebracht und ragt schräg nach unten in den Tank hinein.

Der Einfüllstutzen an der oberen Reaktorwand bleibt für Wartungsarbeiten erhalten.

Am Gasablauf schließt sich eine Destillationsanlage an.

### 7. Auslegung des Rührwerks

Um den Ablauf der Reaktion im Reaktor möglichst zügig und gleichmäßig ablaufen zu lassen, ist ein homogenes Stoffgemisch notwendig. Weiterhin dient der Rührer auch dem in unserem Ablauf kritischen Temperatureaustausch mit dem Heizmantel. Somit kann im Idealfall die bestmögliche Temperatur dauerhaft und gleichmäßig gehalten werden. Diese Anforderungen werden durch Rühren mit Hilfe eines geeigneten Rührwerks gewährleistet.

Der vorgegebene Ankerrührer ist für die Aufgaben gut geeignet, da dieser nicht nur für die Bewegung des Stoffgemischs, sondern auch für leichte Strömungsturbulenzen sorgt, die nützlich für bessere Vermischung und Wärmeaustausch sind.

Es ist außerdem darauf zu achten, dass ein geeignetes säurebeständiges Material gewählt wird.

Der Antrieb erfolgt durch einen Elektromotor mit 2 kW Leistungsaufnahme, wobei dieser im Gemisch für eine konstante Drehzahl von ca. 1001/min sorgen soll.

Außerdem soll ein Viskositätsmesser dadurch realisiert werden, dass die Momentanleistung des Motors gemessen werden soll und daraus Rückschlüsse auf die Zähflüssigkeit des Gemischs gezogen werden können. Somit kann eine eventuelle spontane Polymerisation erkannt und der weitere Verlauf gestoppt werden.

### 8. Ablauf eines Herstellungsdurchgangs

Der nachfolgende Ablaufplan kann als sehr vereinfachtes Zustandsdiagramm für eine tatsächliche Programmierung des SPS für den Regelbetrieb angesehen werden.

Dabei geht es um die Verarbeitung gemessener Werte, die vom Bus-System geliefert werden und verschiedene Folgezustände auslösen.

Reaktorzustände:

- H Hauptschalter (Prozessbeginn)
- VA Ventil A für Acrylsäure und Stabilisator mit Durchlaufzähler A
- VB Regelventil B für Butanol mit Durchlaufzähler B
- VK Ventil Kat für Katalysator mit Durchlaufzähler K
- VP Ventil P für Produkte mit Durchlaufzähler P
- VN Ventil N für Magerluftgemisch mit Zähler N
- Timer 1 regelt periodischen Zufluss der Acrylsäure
- Timer 2 regelt Reaktionsdauer

	Messgeräte	Wert	Folge
0	H	ein	VB → auf Rührwerk → ein Zähler B starten
1	Zähler B	= 7,05 m <sup>3</sup>	VB → zu VK → auf Zähler K starten
2	Zähler K	= 0,15 m <sup>3</sup>	VK → zu VA → auf Zähler A starten
3	Zähler A	= 53,3 l mit 5,33l/s	VA → zu Timer 1 starten
4	Timer Zähler B	= 10 sek < 4,8 m <sup>3</sup>	Schritt 3
5	Zähler B	= 4,8 m <sup>3</sup>	VB → zu Timer 2 starten
6	Timer2	= 4h	Zähler A/B/K = 0 VP → auf Rührwerk → aus Pumpe unten → an VN → auf Zähler P starten
7	Zähler P	= 9,97 m <sup>3</sup>	VP → zu VN → zu Pumpe unten → aus Schritt 0

### 9. Informationsaustausch

Die Informationsübertragung des Systems findet per Profi-BUS Kabel statt. Da sie bei einer Länge von bis 200m eine Datenübertragung von bis zu 1,5 Mbit/s ermöglichen. Auch ihre kleine Größe und die Möglichkeit in Echtzeit zu messen ermöglicht schnelles Eingreifen auf Distanz und das Erstellen von Kabelbündeln. Dafür haben wir uns für Kabel mit eigener Abschirmung entschieden. Die einzelnen Signale vom Reaktor werden mit einer Leitung zum SPS (45m) und mit einer weiteren vom SPS zur Messwarte (130m) geführt.

### 10. Sicherheitsaspekte

Da im Prozess mit verschiedensten Chemikalien gearbeitet wird, müssen sowohl die routinemäßigen als auch die Sicherheitsmaßnahmen im Störfall betrachtet werden.

### 10.1 allgemeine Sicherheitshinweise

Um das System per DIN EN 842 zu sichern befindet sich vor dem Reaktor eine Informationstafel. Diese beinhaltet den aktuellen Status des Systems (Funktion kann durch Farbe der Lampe abgelesen werden) und eine Übersicht der benutzten Stoffe in diesem System inklusive deren erforderlichen Warnhinweise.

					
<b>Zutritt für Unbefugte verboten</b>	<b>Keine offene Flamme, Feuer, offene Zündquelle und Rauchen verboten</b>	<b>Warnung vor ätzenden Stoffen</b>	<b>Schutzhandschuhe benutzen</b>	<b>Augenschutz benutzen</b>	<b>Fußschutz benutzen</b>

Weiter Stoffdaten und Entsorgungshinweise werden den jeweiligen Sicherheitsdatenblättern der Chemikalien entnommen.

### 10.2 Reagieren auf Störfälle

Der Reaktor ist mit Warn- und Notsignalen gesichert. Dazu befinden sich am Reaktor 2 Warn- und Signalleuchten jeweils übereinander, da sie in gleicher Richtung aufgestellt sind. Somit ist eine Warnsituation flächendeckend visuell erkenntlich. Außerdem wird ein akustisches Notsignal ausgesendet.

Bei Erreichen eines Grenzwertes aktiviert sich das Warnsignal jeweils vor Ort und in der Messwarte, sodass ein Fehler registriert wird und reagiert werden kann.

Bei einem evtl. Stromausfall schließt der Reaktor alle Zu- und Abläufe. weswegen stromlos geschlossene Ventile verbaut werden. Bei Wiederaufnahme des Betriebs wird der Reaktorinhalt über ein zusätzliches Rohr am Produktausgang in einen externen Behälter geleitet, um Kontamination des Produkts zu vermeiden.

Bei Polymerisation der Substanz und dem daraus resultierenden Festwerden wird der Prozess gestoppt und das Innere durch Einfüllen eines preiswerten Esters durch den vorhandenen Einfüllstutzen gereinigt werden.

Wenn der Reaktor überhitzen sollte, tritt eine Kühlung in Kraft. Demnach wird das heiße Öl durch kaltes Öl in dem Doppelmantel ersetzt.

Bei Ausfall eines Sensors kann die relevante Größe anhand der anderen Sensoren nachvollzogen werden. Da der Ausfall in der Messwarte sofort bemerkt wird, kann eine schnelle Wartung des Bauteils in Gang geleitet werden.

11. Umweltaspekte

Anhand der für die Industrie gültigen Vorschriften müssen entsprechende Abflüsse/Abgase in dafür vorgesehene Entsorgungsbehälter oder Reinigungsanlage gegeben werden.

In unserem Prozess wird ein Anteil des Mülls durch die Rückführung der organischen Phase in den Reaktionsprozess vermieden.

Außerdem verzichten wir auf spezielle Schutzgase, die verwendete Luft ist auch bei Entweichen an die Umwelt ungefährlich.

Zudem sind durch die umfassenden Sicherheitsmaßnahmen Gefahren für Mensch und Umwelt gebannt.

12. Kostenabschätzung

Um die Wirtschaftlichkeit unseres Verfahrens abzuschätzen, wurden Preise für einzubauende oder zu verändernde Bauteile verglichen und herausgesucht.

Die Chemikalien wurden in der Rechnung ausgelassen, da industrielle Einkaufs und Verkaufspreise für uns nicht zu ermitteln waren.

Bauteil	Woher kommt die Information	Preis
8 Regelventile	Holter Regelarmaturen Preisliste	8 Stück zu je 3000€ = 24000 €
6 Durchflussmesser	eShop Krohne	6 Stück zu je 900€ = 5400 €
1 Thermometer	eShop Krohne	1 Stück = 75 €
1 Füllstandsmesser	Autosen Website	1 Stück = 200 €
Pumpe unten	Sinntec Website	1 Stück = 1270€
Motor Rührer	Motor Mauer Stirnradgetriebe	1 Stück = 550 €
geführtes Radar	eShop Krohne	1 Stück = 600€
1 Drucksensor	directindustry.de	1 Stück = 27 €
Lohnkosten für Aufbau	Schätzung	48000 €
gesamt		80122€

Weiterhin entstehen Kosten für Lohn der Mitarbeiter und den Umbau der Anlage.

Dafür haben wir folgende Werte überschlagen:

Lohnkosten:  $40 \text{ €/h} * 8\text{h} * 15 \text{ Personen} * 10 \text{ Tage} = 48000 \text{ €}$

laufende Kosten für Personal (3 Schicht Betrieb, ganzjährig) = 219000 €

Kosten gesamt: 299.122€

Damit entsteht zwar zuerst ein Negativbetrag, der sich aber im Laufe des Betriebs durch den Verkauf des Endprodukts ausgleicht.

# BASF

## Generator

### zur Herstellung von

### Acrylsäure

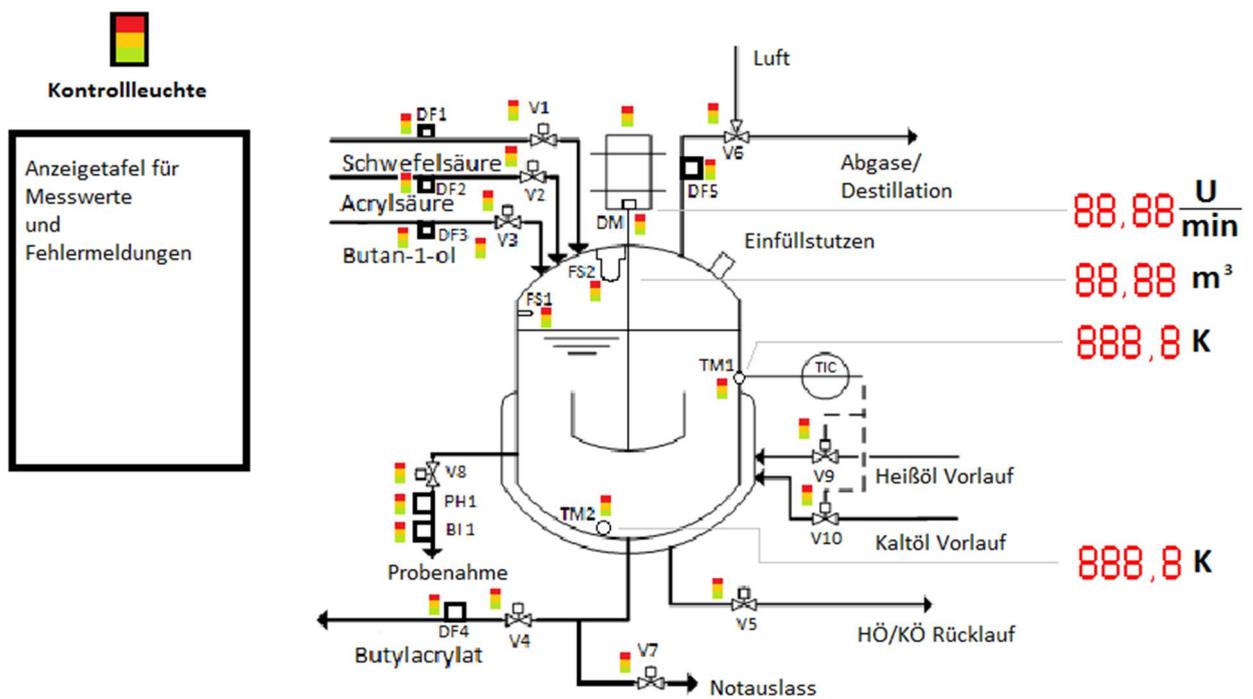


Abbildung 1 Reaktorschema

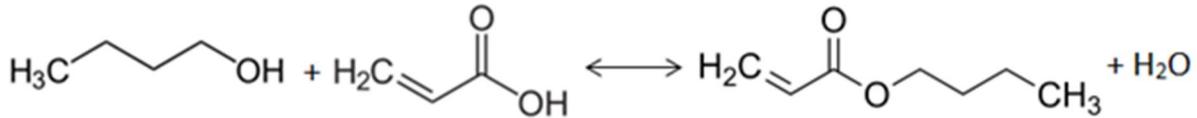
## Inhaltsverzeichnis

1 Chemische Reaktion.....	3
1.1 Reaktionsgleichung .....	3
1.2 Mengenrechnung.....	3
1.3 Reaktionsablauf.....	3
1.4 Reaktionsbedingungen .....	3
1.5 Umweltschutz.....	4
2 Qualitätssicherung.....	4
3 Ventile .....	4
4 Sensoren .....	4
4.1 Durchflusssensor .....	4
4.2 Füllstandssensor .....	5
5 Motor 5.1 Umsetzung:.....	5
6 Informationsaustausch.....	7
7 Anzeige.....	7
8 Sicherheit.....	8
8.1 Farberklärung der Leuchten .....	8
8.2 Notfallplan.....	8
8.2.1 Stromausfall.....	8
8.2.2 Ventilausfall .....	8
8.2.3 Sensorausfall .....	8
8.2.4 Falscher Reaktionsverlauf .....	8
9 Ablaufplan.....	9
10 Kostenrechnung.....	9
10.1 Allgemeine Rechnung .....	9
10.1.1 Materialkosten .....	9
10.1.2 Entwicklungskosten.....	10
10.1.3 Lohn- und Maschinenkosten .....	10
10.1.4 Variable Kosten.....	10
10.1.5 Gesamtkosten .....	10
10.2 Chemische Rechnung.....	10
11 Quellen .....	11

# 1 Chemische Reaktion

## 1.1 Reaktionsgleichung

Reaktionsgleichung:



## 1.2 Mengenrechnung

Es soll Schwefelsäure mit einem Anteil von 1,25% am Gesamtreaktorvolumen vorhanden sein.

$$V(\text{ges. Reaktor}) = 15\text{m}^3 * 0,8 = \underline{12\text{m}^3} \rightarrow \underline{V(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,15\text{m}^3}$$

$$V(\text{Reaktor}) = 12 - 0,15 = \underline{11,85\text{m}^3}$$

Volumen des Einsatzes aus der Vorschrift (Labor), mit 1,1:1 Butanol: Acrylsäure:

$$V(\text{AcS}) = \frac{V(\text{Reaktor}) * V(\text{AcS, Labor})}{V(\text{gesamt Labor})} = \underline{4,833\text{m}^3}$$

Masse über die Dichte: Umrechnung der Dichte von  $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$  auf  $\text{g} \cdot \text{m}^{-3} : 10^6$

$$m(\text{AcS}) = \rho(\text{AcS}) * 10^6 * V(\text{AcS}) = \underline{5,075 * 10^6 \text{g}}$$

Stoffmenge über Molare Masse:

$$n(\text{AcS}) = \frac{m(\text{AcS})}{M(\text{AcS})} = \underline{7,042 * 10^4 \text{mol}}$$

Berechnung Butanol auf selben Weg:

$$n(\text{Butanol}) = \underline{7,668 * 10^4 \text{mol}}$$

Verhältnis von Butanol zu AcS: 1,089

Ausgehend von 100% Stoffumsatz:  $m(\text{Produkt}) = \underline{9,026\text{t}}$  (pro Durchgang)

→ pro Tag (4,8 Durchgänge): 43,325t Butylacrylat

→ 48,139m<sup>3</sup> („reines“ Butylacrylat)

Gesamtmenge pro Tag: Ausnutzen der 12m<sup>3</sup> pro Durchgang ergibt 57,6m<sup>3</sup> Rohprodukt am Tag. Dies entspricht nicht dem reinen Produkt, sondern es sind auch noch Katalysator, Überschuss an Butanol (nicht verbraucht), Wasser (abdestilliert) und evtl. nicht umgesetzte Acrylsäure enthalten. Im Realen ist eine Umsetzung von 100% jedoch nicht realisierbar.

## 1.3 Reaktionsablauf

1. Butanol und Schwefelsäure zusammen in Tank, währenddessen Anfang Rühren (ab 10% Füllvolumen) und Heizen
2. nach der Heizzeit und innen ca. 90-100°C: portionsweise Zugabe der AcS (damit Temperatur nicht zu stark schwankt)
3. 4h Reaktion
4. Kontrolliertes Ablassen des Reaktors und Weiterverarbeitung des Rohproduktes

## 1.4 Reaktionsbedingungen

Die Reaktion findet bei ca. 90-100°C statt, dadurch wird sichergestellt, dass das Wasser aus dem System entfernt wird (bildet mit Butanol ein Azeotrop, welches bei 95°C siedet). Zudem verhindert die Temperatur die Polymerisation der Acrylsäure. Das Wasser wird aus der Reaktion entfernt, um die

Gleichgewichtsreaktion auf Seiten des Produktes zu verlagern. Da Butanol zu einem kleinen Teil mit in die Gasphase übergeht und somit der Reaktion entzogen wird, wird es im Überschuss zugegeben. Die Temperatur wird von außen geregelt. Sie wird im Reaktor gemessen.

Die Reaktion findet unter Normaldruck und mit Luft als Gas im Reaktor statt. Als Katalysator wird konzentrierte Schwefelsäure mit 1,25% am Gesamtvolumen verwendet.

Da die Acrylsäure schnell di- und polymerisiert, wird diese bereits mit Stabilisator/Inhibitor (MeHQ) gelagert, wozu aber Sauerstoffsättigung notwendig ist, um den Stabilisator zu aktivieren.

Vor Zugabe in den Tank wird auch nochmals Sauerstoff durch die Acrylsäure geleitet.

Das Wasser-Butanol-Gemisch wird einer Destillation unterzogen, aufgefangen und die organische Phase vom Wasser getrennt. Das Butanol kann dann der Reaktion wieder zugeführt werden. Das Wasser wird gereinigt, aufgearbeitet und kontrolliert und kann dann entfernt werden.

## 1.5 Umweltschutz

Das Wasser (Reaktionsprodukt) wird erst nach vollständiger Reinigung und gründlicher Kontrolle in die Umwelt gegeben. Die Abgase werden auch noch einmal gefiltert, bevor sie abgegeben werden. Des Weiteren werden für die Reaktion ausschließlich absolut notwendige Chemikalien, ohne extra Zusätze, verwendet. Es ist auch anzumerken, dass es Pläne für ein kontrolliertes ablassen im Notfall gibt, wobei ein noch unfertiges Gemisch wieder aufbereitet werden kann, es wird so nicht direkt in die Umwelt gegeben. Außerdem sind an der gesamten Anlage Warnsysteme angebracht, welche sofort auf sämtliche Gefahren für Mensch und Umwelt reagieren.

Um nicht zu viel des Produktes zu entfernen, verläuft die Probenahme fast komplett automatisch. Das verwendete Heiz- und Kühlöl wird gereinigt, um eine mehrfache Verwendung möglich zu machen.

## 2 Qualitätssicherung

Alle 15 min wird durch das Probenventil V8 eine Probe von 2-3 ml entnommen und durch den pH-Sensor PH1 und das Refraktometer BI1 geführt, untersucht und fachgerecht entsorgt. In der letzten Stunde vor dem Ablassen wird die Qualitätskontrolle noch einmal von einem Laboranten ausgeführt, um ein einwandfreies Produkt zu sichern. Somit besteht für den Menschen nur ein geringes Gefahrenrisiko bei doch kontinuierlicher Produktion.

## 3 Ventile

Sämtliche Ventile V1-V10 sind Magnetventile verschiedener Typen mit einem Kv-Wert von 25 je Ventil.

V1- V3 sollen zur Zufuhr der Reagenten dienen und sind deshalb als proportionale Magnetventile ausgeführt, um eine exakte Dosierung im Zusammenspiel mit den Durchflusssensoren zu erlauben. Im stromlosen Zustand sind diese Ventile geschlossen.

V4, V5 und V7 - V10 sind einfache Magnetventile, die im stromlosen Zustand ebenfalls geschlossen sind.

V6 ist ein 3/2-Wege-Ventil, welches im stromlosen Zustand den Reaktor mit der Abgasanlage verbindet, um zu keiner Zeit (Stromausfall etc.) ungefilterte Gase in die Atmosphäre entweichen zu lassen. Im aktivierten Zustand verbindet das Ventil den Reaktor mit der Atmosphäre, um ein Vakuum beim Leeren des Tanks zu vermeiden.

## 4 Sensoren

### 4.1 Durchflusssensor

Der Durchfluss der Komponenten und des Produktes wird durch den Flügelrad-Durchflusssensor FCH-SE 7,5-600 von B.I.O.-TECH e.K. gemessen

- für chemische aggressive Flüssigkeiten geeignet
- lange Lebensdauer durch berührungsloses Abtastsystem (Hall-Sensor)
- kompakte Bauform

- Einbaulage beliebig
- maximal messbare Viskosität 20mPas (höchst-viskoser Stoff: Butan-1-ol)
- Messbereich: 7,5-600L/min (maximaler Durchfluss 400L/min)
- Messgenauigkeit: ±2%
- Betriebstemperatur: -10°C bis +110°C
- Günstigste der Optionen
- Signalausgabe: analog 4-20mA

Der Durchfluss der Abgase wird durch den Luft-Durchfluss-Sensor GSx von TetraTec gemessen

- Messbereich: 25-450L/min (maximaler Durchfluss 400L/min)
- Messgenauigkeit: ±1%
- Signalausgabe: Profibus
- kompakte Bauform
- LED-Betriebszustandsanzeige- und Durchflussanzeige
- schnelle Reaktionszeit: 50ms

#### 4.2 Füllstandssensor

Füllstands-sensor	Vibronik Grenzstand-detektion	Geführtes Radar	Ultraschallsensor	Kapazitive Messung
Medium	sich ändernde Medien, Schaum	Schaum, aggressive Medien	aggressive Medien, kein Schaum	Schaum, leitfähig
Einsatz	in chem. Industrie	auch während Befüllung	überall	in kleinen Tanks
Temperatur	150°C/280°C	200°C	105°C	100°C
besondere Eigenschaft	wartungsfrei, Medien-unabhängig, Selbst-überwachung, einsatzbereit ohne Abgleich	wartungsfrei, zuverlässig, Medien-unabhängig	reduzierte Wartung, lange Lebensdauer, Selbstreinigung, Medienunabhängig	bewährt, robust und sicher, einfache Inbetriebnahme
Preis	ca. 150€	800-2000€	ca. 200€	ca. 200€

Wir benutzen einen Ultraschallsensor und Kapazitive Messung zur Sicherheit bei 90%.

### 5 Motor

#### 5.1 Umsetzung:

1. Antriebsart: Drehstrom Antrieb – Synchronmaschine 5,2kW 1600Euro für Motor und Getriebe
2. Benötigte Drehzahl: 0,2 über Schneckengetriebe (→ einfache Realisierung großer Untersetzung)
3. Ausgangsdrehzahl: 750 1/min
4. Belastungsart: Kurzzeichen S3 (periodischer Aussetzbetrieb)
5. Thermische Belastbarkeit: integrierter Lüfter
6. Konstruktive Motoroptionen: Flanschbefestigung ; senkrechte Lage; Schildlager; Anbau am Boden
7. Gebersystem: Inkrementalgeber (optisch oder magnetisch)
8. Stellgeräte: Frequenzumwandler
9. Untersetzungsverhältnis: 62,5:1

10. Sicherheit: Motorschutzschalter (Thermische Überlastung ; Überlast- / Kurzschlusschutz);  
 150Euro für Motorschutzschalter 32 A Drehstrom / Ex-Schutz  
 Berechnungen der ermittelten Werte:

Auf Basis der Reynoldszahl für die Berechnung von Strömungsvorgängen in Rohren wird mit Hilfe des Büche-Theorem und Division durch  $\pi$  (Pi) die Formel für Rührprozesse ermittelt.

$$\text{aus } Re = \frac{\rho \cdot u \cdot d}{\eta} \text{ wird } Re' = \frac{\rho \cdot d \cdot \omega \cdot r}{\eta}, \text{ da } \omega = 2 \cdot \pi \cdot n \text{ folgt } \frac{\rho \cdot d^2 \cdot \pi \cdot n}{\eta}$$

$$Re_M = \frac{Re'}{\pi} = \frac{\rho \cdot d^2 \cdot n}{\eta}$$

Berechnung der Reynoldszahl-Rührer (**ReRüh**): **ReRüh** =  $\rho \times d^2 \times n / \eta$   
*n* = Drehzahl                       $\rho$  = Dichte  
*d* = Rührer Aussendurchmesser                       $\eta$  = dynamische Viskosität

**ReRüh** =  $0,2 \text{ 1/s} \times 1,8^2 \text{ m} \times 1050 \text{ kg/m}^3 / 0,00295 \text{ Pa s}$   
**ReRüh** = 230644,068

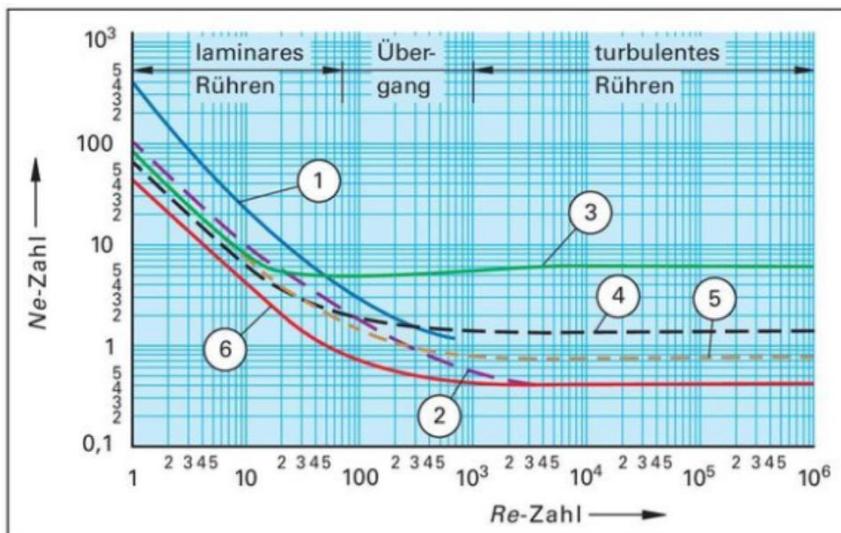
**Definition der Reynoldszahl-Rührer / Strömungsverhalten:**

- Laminare Strömung** - **ReRüh < 30**
- Übergangsbereich** - **ReRüh = 30 - 100.000**
- Turbulente Strömung** - **ReRüh > 100.000**

Die Rührerleistung ist proportional zur NEWTON-Zahl:

$$Ne = \frac{F_R}{\rho v^2 l^2} = \frac{P}{\rho v^3 l^2}$$

**Diagramm Über die Leistungscharakteristik verschiedener Rührer**



- Legende:
1. Wendelrührer
  2. Ankerrührer
  3. Scheibenrührer
  4. Schrägblattrührer
  5. MIG-Gegenstromrührer
  6. Propellerrührer

Der vorhandene Ankerrührer ist für den geplanten Reaktionsvorgang geeignet und wird auch aus wirtschaftlicher Sicht wiederverwendet.  
 Da die Reynoldszahl > 100.000 ist, wird sichergestellt, dass die Strömung im Reaktor turbulent ist und somit die benötigten Komponenten gut durchmischt werden.  
 Aus dem Diagramm der Versuchswerte ergibt sich bei der errechneten Reynoldszahl von 230644, eine Newtonzahl von 0,4 die zur Berechnung der Leistung benötigt wird.

Berechnung Leistungsbedarf eines Rührers:

$$P = Ne \cdot \rho \cdot n^3 \cdot d_1^5$$

$P$  = Leistung       $\rho$  = Dichte  
 $Ne$  = NEWTON - Zahl       $d_1$  = Rührer Außendurchmesser  
 $n$  = Drehzahl

$$P = 0,4 \times 1050 \text{ kg/m}^3 \times 0,2^3 \text{ 1/s} \times 1,8^5 \text{ m}$$

$$P = 63.489 \text{ W}$$

Um die Masse des Ankers leicht bewegen zu können, die Flüssigkeiten gut zu durchmischen und eine lange Motorlebensdauer gewährleisten zu können, haben wir uns entschieden einen ex-geschützten, Drehstrom Synchronmotor mit 5,2 kW Leistung als Rührwerk einzubauen.

Über ein Schneckengetriebe wird die Ausgangsdrehzahl von 750 1/min in einem Verhältnis von 62,5:1 auf 12 1/min unteretzt.

Ein eingebauter Motorschutzschalter schützt den Motor vor Überlastung und Kurzschlüsse. Zusätzlich wird der Rührer konsequent geerdet.

Wärmeträgeröl HT 46 von Helios:

- für indirekten Wärmeaustausch bestimmt
- hohe spezifische Wärme und Wärmeleitfähigkeit
- lange Lebensdauer ohne Viskositätserhöhung oder Ablagerungen
- maximale Temperatur 315°C

## 6 Informationsaustausch

Wir sammeln alle Aktor- und Sensorsignale auf 4 Modulen der SPS bei dem Reaktor. Diese teilen sich wie folgt auf: zwei Baugruppen mit 8 DI und 8 DO und zwei Baugruppen mit 8 AI und 8 AO. Belegt sind dabei nur 1 DI, 12 AI, 9 DO und 3 AO, was Platz für evtl. Erweiterungen lässt.

Zusätzlich wird eine Stromversorgung mit doppelter Stromversorgung installiert, um eine Steuerung bei Netzausfall durch Notstrom realisieren zu können. Von dem Reaktor werden die Informationen mittels Profibus an die SPS-Zentrale übertragen. Dieses Bus-System bietet große Vorteile in Bezug auf mögliche Entfernung, Eigendiagnose und Zuverlässigkeit. In der SPS-Zentrale befinden sich ebenfalls eine doppelte Stromversorgung und die Steuerungs-SPS, z.B. Siemens S7-400. Von der SPS-Zentrale geht es mittels Profibus an die Messwarte, wo alle gemessenen Daten angezeigt werden und die Aktoren gesteuert werden können.

## 7 Anzeige

Am Reaktor ist eine Lampe zur Kontrolle des Zustands angebracht und es gibt einen Monitor, der die Messwerte ausgibt und Fehlermeldungen mit Beschreibung anzeigt.

In der Leitzentrale werden Messwerte ausgegeben. Des Weiteren ist ein Bild des Reaktors (Abbildung 1) vorhanden, wo durch Kontrollleuchten der Zustand der einzelnen Ventile und Sensoren angezeigt wird.

## 8 Sicherheit

### 8.1 Farberklärung der Leuchten

Am Reaktor		In der Zentrale	
<b>Blinkend rot mit akustischem Signal</b>	Absoluter Notfall, Bereich um den Reaktor evakuieren	<b>Blinkend rot</b>	Akute Gefahr, Reaktor abschalten
<b>Rot</b>	Reaktor abschalten		
<b>Orange</b>	Fehlermeldung	<b>Orange</b>	Bauteil defekt
<b>Grün</b>	Keine Probleme	<b>Grün</b>	Keine Probleme
<b>Aus</b>	Kein Stromzufluss am Reaktor	<b>Aus</b>	Bauteil ist bereit

Wenn die Sensoren eine Gefahr für umstehende, wie Explosionsgefahr oder Gasaustritt, detektieren, blinkt die rote Lampe am Reaktor und es wird ein akustisches Signal erzeugt. In der Zentrale blinkt die rote Lampe auf. Bei einem Ausfall, der zu Schäden am Reaktor führen kann, leuchtet die rote Lampe am Reaktor und in der Zentrale blinkt die rote Lampe. Die orangene Lampe signalisiert ein defektes Bauteil, in der Zentrale leuchtet nur die Lampe des jeweiligen Bauteils. Am Reaktor leuchtet sie, wenn der Reaktor ausgeschaltet, aber kaputt ist und wenn das Bauteil zum Beenden des chemischen Prozesses nicht notwendig ist und keine Gefahr für Mensch oder Maschine darstellt.

### 8.2 Notfallplan

#### 8.2.1 Stromausfall

Im Falle eines Stromausfalles sind alle Magnetventile verschlossen, das Abgasventil V6 verbindet den Reaktor mit der Abgasanlage (Luftzufuhr verschlossen), sodass zu keinem Zeitpunkt ungefilterte Abluft entweichen kann. Dies geschieht, damit die Komponenten nicht unkontrolliert hineinströmen können. Bei Bedarf kann der Reaktor durch die Notstromversorgung über das Auslassventil V7 geleert werden. Die Heizanlage wird deaktiviert, um Explosionsgefahr zu vermeiden. Die Notstromversorgung soll die Ventile und Sensoren weiterhin versorgen, Motor und Heizanlage sind deaktiviert.

Durch den Einfüllstutzen kann im Bedarfsfall manuell ein Lösungsmittel zugegeben werden, um die Reaktion zu stoppen und eine Polymerisation zu verhindern. Das verunreinigte Produkt wird durch einen Notauslass aus dem Produktionskreislauf in eine Auffangwanne gegeben.

#### 8.2.2 Ventilausfall

Sollte eines der Eingangsventile V1-V3 ausfallen, öffnet sich sofort der Notauslass, damit die Zusammensetzung nicht schwankt; die anderen Komponentenzuläufe werden geschlossen. Der Zulauf durch das defekte Ventil muss manuell gestoppt werden. Sollte ein Ausgangsventil (V4, V7) ausfallen, wird sofort die Stoffzufuhr unterbrochen.

#### 8.2.3 Sensorausfall

Fällt ein Sensor aus, wird der Reaktor geleert und bis zur Reparatur heruntergefahren.

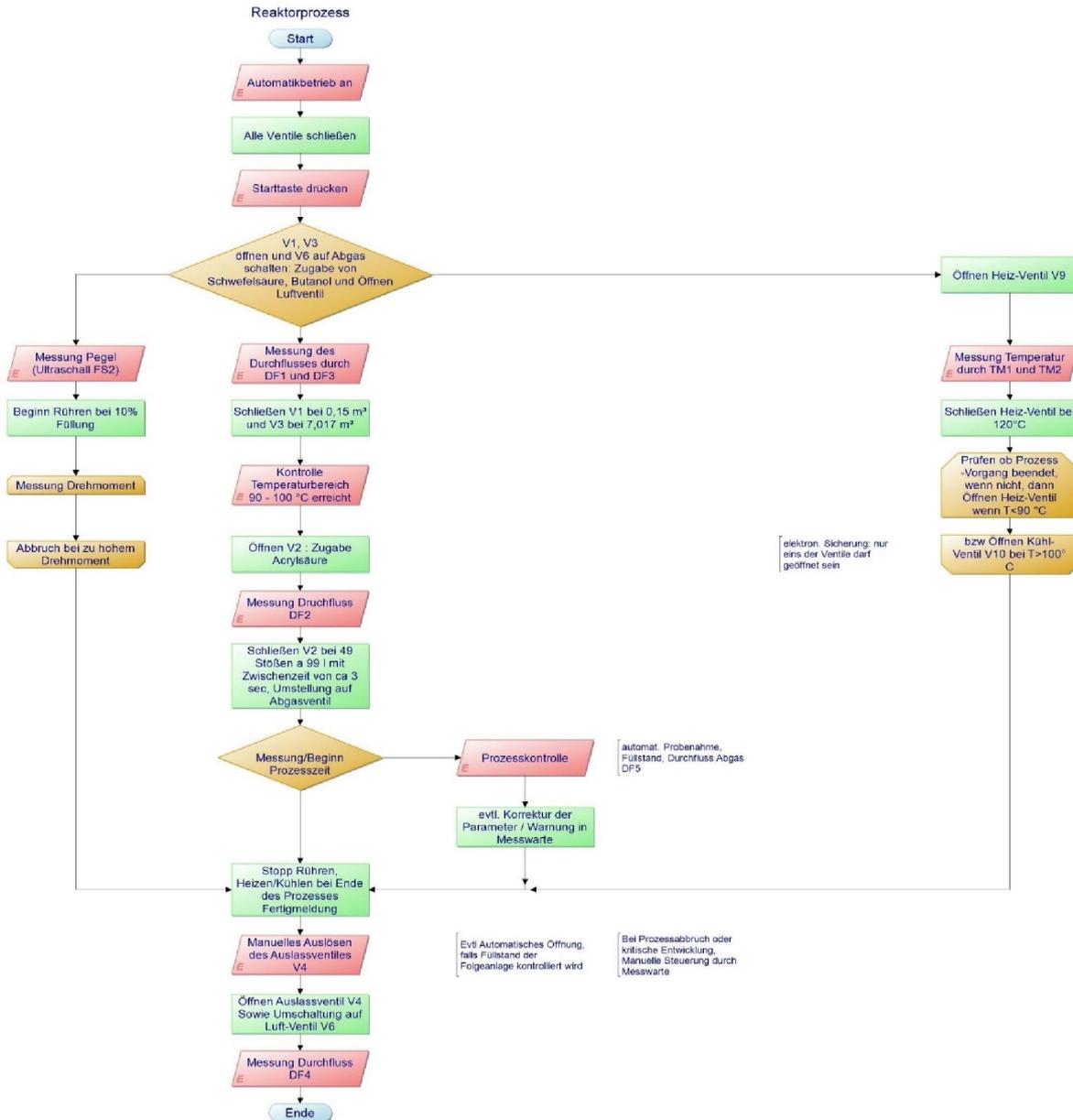
Motordefekt/ Heizungsausfall

Prinzipiell wird der Reaktor durch den Notauslass geleert; ist das Produkt nahezu fertig, wird es durch die Produktleitung abgeführt. Der Reaktor darf erst nach Reparatur wiederverwendet werden.

#### 8.2.4 Falscher Reaktionsverlauf

Bei Problemen im Reaktionsverlauf kann durch sämtliche Zuflüsse (V1-V3, Einfüllstutzen) Einfluss auf die Reaktion genommen werden, im absoluten Notfall wird der Notauslass geöffnet.

## 9 Ablaufplan



## 10 Kostenrechnung

### 10.1 Allgemeine Rechnung

#### 10.1.1 Materialkosten

- Ventile: 8 x 1000€
- Sensoren
  - Durchfluss: 5 x 600€
  - Füllstand: 2 x 250€
- Leuchten/Digitalanzeigen: 100€
- Touchpanel: 2000€
- Motor: 2000€
- Thermometer: 50€
- Abgasfilter: 2000€
  
- Automatische Probenahme:

- 3m Rohr: 25€ (Edelstahl)
- Brechungsindexsensor: 200€
- pH-Wert-Messer: 60€
- Kabelverbindung (Profibus): 620€ (für ca. 175m)
- Wärmeträgeröl: 300€
- Edelstahlgitter: 300€

10.1.2 Entwicklungskosten

- 8 x 30 h/Woche x 50 €/h x 8 Wochen = 96.000
- Ing Arbeitszeit    Lohn    Gesamtarbeitszeit

10.1.3 Lohn- und Maschinenkosten

- Leitwarte (betreut mehrere Reaktoren/Geräte): 8000 €/Jahr
- Laborant (Kontrolle der Probe, kann auch mehrere Reaktoren betreuen): 8000 €/Jahr
- Bau und Installation (für 1 Monat, Idealfall):
  - 1 Ingenieur: 160 h x 50 €/h = 8000€
  - 10 Handwerker: 1600 h x 17 €/h = 27200€

10.1.4 Variable Kosten

- Wartung: Garantie sämtlicher Teile beträgt mind. 5 Jahre → Kosten vorerst vernachlässigbar
  - evtl. ø 1x im Jahr etwas austauschen → 800 €/Jahr
- extra Räume fallen nicht an → keine extra Kosten
- Energie: 1000 kWh: 250 €/Jahr (vgl. 1-Pers.-Haushalt: >1200 kWh)

10.1.5 Gesamtkosten

1. 19.200€
  2. 96.000€
  3. einmalig: 35200€; jährlich: 16000€
  4. jährlich: 1050€
- einmalig: 160000€ (unvorhersehbare Begebenheiten eingerechnet); jährlich: 17500€  
(nach 20 Jahren: 490000€)

10.2 Chemische Rechnung

Substanz	Preis pro m <sup>3</sup> (Schätzung)	benötigte Menge pro Tag [m <sup>3</sup> ]	Preis pro Tag [€]
Einkauf:			
Acrylsäure (mit MeHQ-Stabilisator)	1200€	23,2	27 840€
Butan-1-ol	750€	33,7	25 275€
Schwefelsäure	1000€	0,72	720€
Verkauf:			
Butylacrylat (bei 100%igem Umsatz der Ausgangsstoffe)	1500€	48,2	72 300€

Umsatz:  
18 465€ pro Tag

Es handelt sich lediglich um Kosten für die Chemikalien im Ein- und Verkauf. Hierzu kommen noch Reinigungs-, Abfüll- und laufende Kosten.

## 11 Quellen

- <https://helios-lubeoil.de/index.php?page=product&info=63> (09.06.2017)
- <http://www.gifte.de/Chemikalien/butylacrylat.htm>
- <http://www.patent-de.com/20030821/DE69717314T2.html>
- <http://www.google.ch/patents/EP1399409B1?hl=de>
- [http://gestis.itrust.de/nxt/gateway.dll/gestis\\_de/000000.xml?f=templates&fn=default.htm&vid=gestisdeu:sdbdeu](http://gestis.itrust.de/nxt/gateway.dll/gestis_de/000000.xml?f=templates&fn=default.htm&vid=gestisdeu:sdbdeu) (06.06.2017)
- Becker, H. "Polymerisationsinhibierung von (Meth-)Acrylaten - Stabilisator- und Sauerstoffverbrauch", Dissertation, TU Darmstadt, 2003
- Organikum: Organisch-chemisches Grundpraktikum*; Beckert, R., Fanghänel, E., Habicher, W.D., Knölker, H.J., Metz, P., Schwetlick, K., Kapitel 3.: *Bestimmung physikalischer Eigenschaften organischer Verbindungen*, Wiley- VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, **2009**, 23, 480-486
- Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, 1999, 20. Auflage, 442-443
- <https://www.sigmaaldrich.com/germany.html> (09.06.2017)
- <https://www.conrad.biz/de/durchfluss-sensor-1-st-fch-se-75-600-bio-tech-ek-betriebsspannung-bereich-5-24-vdc-messbereich-75-600-l-155320.html> (08.06.2017)
- <https://www.de.endress.com/de/messgeraete-fuer-die-prozesstechnik/Durchflussmessung-Produktübersicht> (06.06.2017)
- <http://www.ehlersgmbh.com/produkt/messgeraete/ultraschalldurchfluss/clamp-on-aufschnall-ultraschall-durchfluss-messgeraet-169/> (07.06.2017)
- <http://www.tetratec.de/messtechnik/durchfluss-elemente/massenstrommesser/smart-serie-gsx/> (08.06.2017)
- <https://www.e-direct.endress.com/de/de/fullstandsensoren> (07.06.2016)
- <http://www.baumer.com/de-de/services/anwenderwissen/kapazitive-sensoren/funktionsweise/> (08.06.2017)
- <https://www.de.endress.com/de/messgeraete-fuer-die-prozesstechnik/F%C3%BCIlstandmesstechnik> (08.06.2017)
- Goldschmidt, Artur / Streitberger, Hans-Joachim: BASF-Handbuch Lackiertechnik, Vincentz Network; Auflage: 12 (2002); S.231
- Goldschmidt, Artur / Streitberger, Hans-Joachim: BASF-Handbuch Lackiertechnik, Vincentz Network; Auflage: 12 (2002); S.231
- Kurzweil, Peter / Frenzel, Bernhard / Eichler, Jürgen / Schiewe, Bernd: Physik Aufgabensammlung. Für Ingenieure und Naturwissenschaftler, Vieweg+Teubner Verlag; Auflage: 2008; S.48, Lösung C-24;
- Ignatowitz, Eckhard / Fastert, Gerhard / Rapp, Holger: Berechnungen zur Chemietechnik. Für Ingenieure und Naturwissenschaftler, Verlag Europa-Lehrmittel; Auflage: 2014
- Prof. Dr. Antonius Lipsmeier: Friedrich Tabellenbuch, Bildungsverlag EINS, 583. Auflage, S. 9-21
- <https://de.wikipedia.org/wiki/Profibus> (09.06.2017)
- <http://w3.siemens.com/mcms/programmable-logic-controller/de/advanced-controller/s7-400/Seiten/Default.aspx> (08.06.2017)
- <http://www.magnetventile-shop.de/> (09.06.2017)
- <http://www.iranfluidpower.com/pdf/proportional/Festo-Proportional.pdf> (09.06.2017)
- <https://www.buerkert.de/de/produkte/magnetventile> (09.06.2017)



---

# PORTFOLIO

---

Projektdokumentation



9. JUNI 2017

ROT – REAKTOROPTMIERUNGSTECHNIK AG

TEAMMITGLIEDER: MAGDALENA FIEDLER  
JEAN-LUKAS WAGNER  
SEBASTIAN ULBRICH  
ANDRE RASENACK  
FABIAN MEHNER  
FELIX DIWISCH

## 1.) IST – Zustand mit Rahmenbedingungen

Eine vorhandene Produktionsanlage für den Produktionsstandort BASF Schwarzheide GmbH soll für eine Veresterungsreaktion von Acrylsäure und Butanol zu Butylacrylat ausgestattet werden.

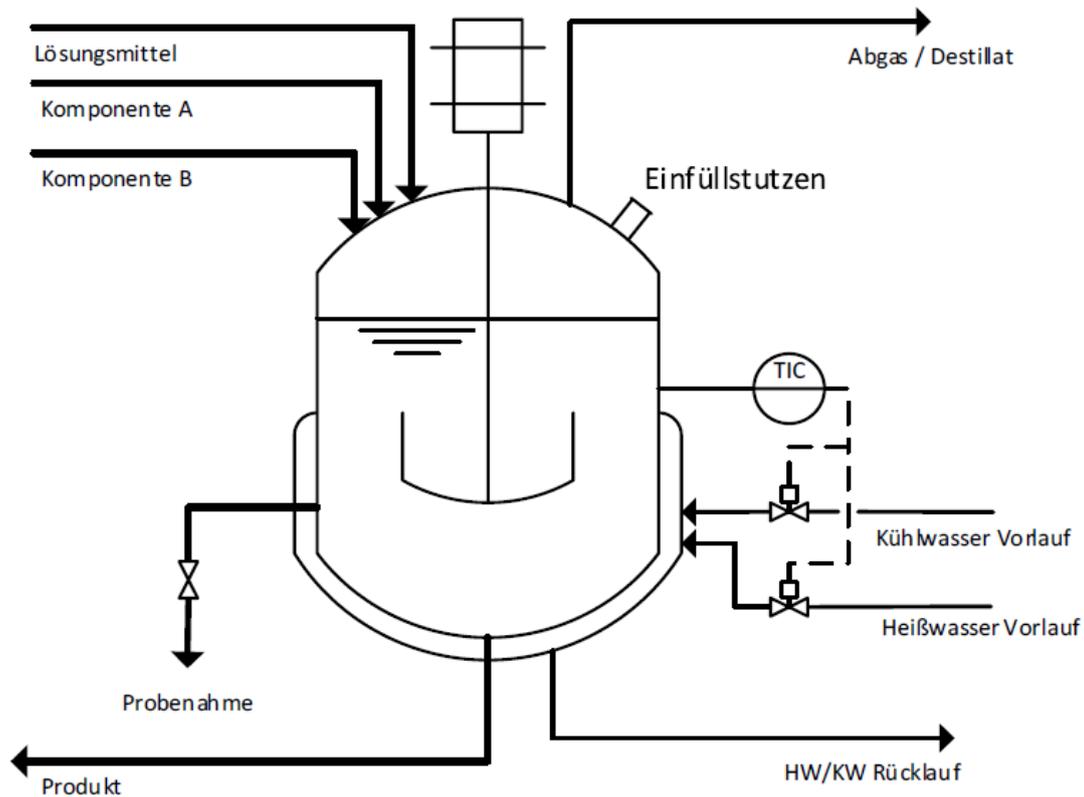


Abbildung 1: Verhandeltes Reaktorsystem (Quelle: Aufgabenstellung BASF)

### Eckdaten

- Volumen(Nenn) = 15 m<sup>3</sup> , mit maximaler Füllstand 80%
- 3 Zuleitungen aus 3 Behältern
- Antrieb des Rührwerks defekt
- Reaktion im Semi-Batch-Fahrweise
- Gesamte Prozesszeit 5 Stunden

Dabei wurde die Firma ROT – ReaktorOptimierungsTechnik GmbH mit den notwendigen Aufgabe der chemischen und elektrotechnischen Umrüstung betraut. Eine Anforderungsliste seitens der BASF Schwarzheide GmbH für den Reaktor enthält folgende Punkte.

Tabelle 1 Anforderungsliste (Quelle: Aufgabenstellung BASF)

Forderung/Wunsch	Anforderung	Punkt
F	Der Arbeitsprozess soll über Reaktionsgleichungen und Bedingungen abgebildet werden.	1
F	Die räumlichen Begebenheiten sind einzuhalten.	2
F	Die Mess- und Führungsgrößen zur Reaktionskontrolle sind abzuleiten.	3
W/F	Entwicklung einer Umsatz- oder Qualitätskontrolle des Rohproduktes.	4
F	Die OH-Zahl des Produktes ist 4. Die täglich herzustellende Produktmenge sind 54 m <sup>3</sup> Rohprodukt.	5
F	Es liegt eine Abschätzung der hergestellten Menge Butylacrylat pro Tag vor.	6
F	Es ist ein Dosierkonzept für die notwendigen Einsatzstoffe zu entwickeln. Mess- und Steuergrößen sind festzulegen.	7
F	Der Prozess wird aus der Messwarte (zentraler Steuerraum) gesteuert.	8
F	Ein Konzept zum elektrotechnischen Signal- und Informationsaustausch ist zu entwickeln. Die Distanz zwischen Messwarte (Steuerraum) und Reaktor ist zu beachten.	9
W	Digitale/analogue EA-Baugruppen, bzw. BUS-Netzwerktechnik ist festzulegen.	10
W	Sicherheitsaspekte sind zu untersuchen.	11
W	Umweltaspekte sind zu berücksichtigen.	12
W	Darstellung der aufgenommenen Messwerte konzipieren.	13
F	Es soll eine nachvollziehbare Kostenabschätzung erstellt werden.	14
W	Eine Motorauslegung für das Rührwerk ist zu entwickeln.	15

## 2.) Unser Lösungskonzept für Sie

### Funktionsschema

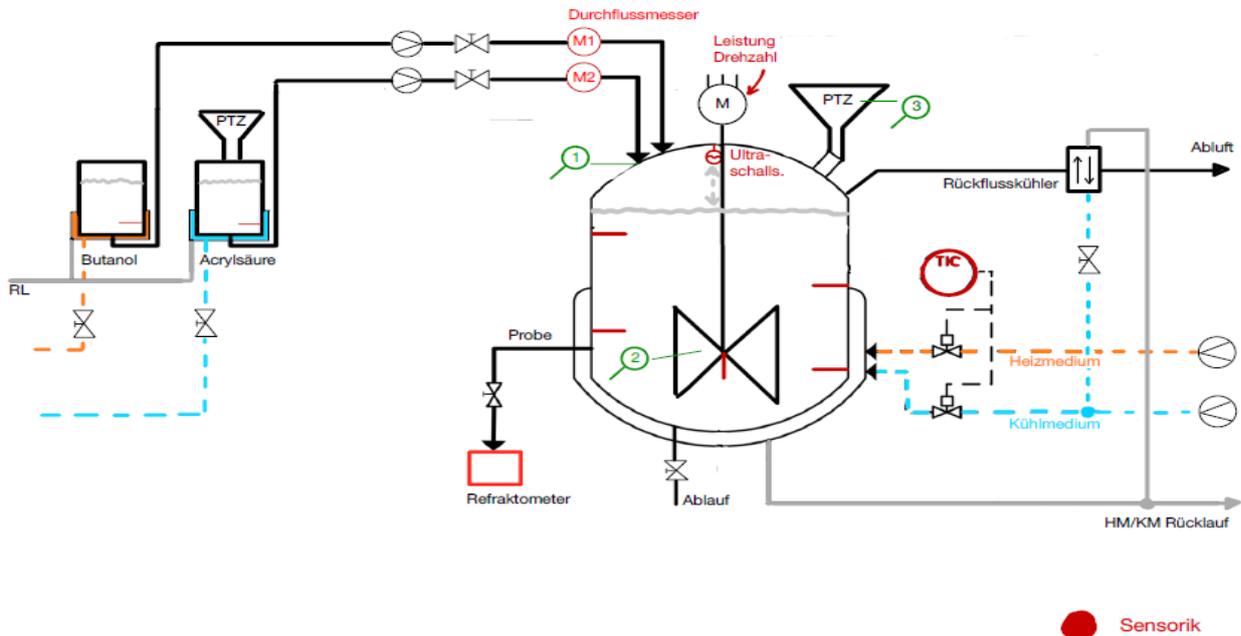
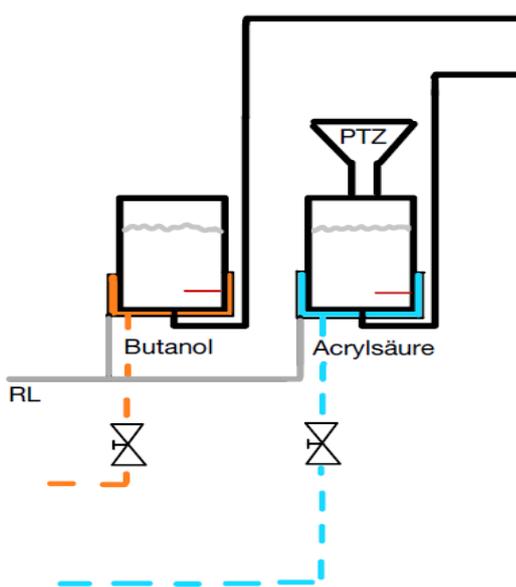


Abbildung 2: Neues Reaktorschema

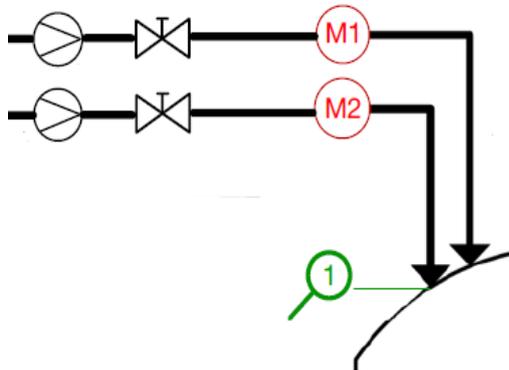
Das Butanol und die Acrylsäure werden in separaten Vorlagerbehältern gelagert. Die Schwefelsäure, die sich mit im Butanoltank befindet, wird lediglich als Katalysator genutzt. Zusätzlich ist es wichtig keinen basischen pH-Wert zu erreichen und somit die basische Verseifung als Rückreaktion zu verhindern. Dabei wird das Butanol vorgeheizt und die Acrylsäure gekühlt. Diese Regelung der Temperatur wird mithilfe von Ventilen und Themperaturfühler gesteuert und überwacht. Dabei sind



alle Ventile mit einem Nothahn ausgestattet, um sie manuell schließen und öffnen zu können. Die Kühlung der Acrylsäure ist trotz vorliegendem Stabilisator (Methoxyphenol - MeHQ) notwendig, um die autokatalytische Polymerisation zu verhindern. Sollte dennoch die Reaktion starten, kann dies mittels Temperaturfühler erfasst werden und durch Zugabe des Stabilisators (Phenothiazine - PTZ) gestoppt werden. Um ein möglichst gutes Zeitmanagment bei der Reaktion im Reaktor zu gewährleisten, wird das Butanol auf 80°C vorgeheizt. Das Heiz- und Kühlmedium werden dann in einem Rücklauf abgeführt.

Abbildung 3: Vorlagerbehälter

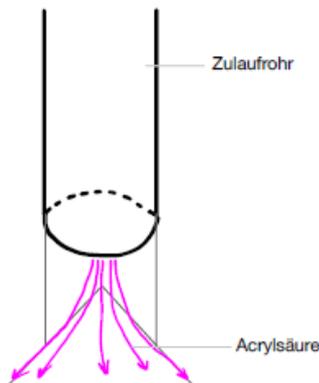
Über die vorhandenen Zulaufrohre werden die Edukte dem Reaktor hinzugefügt. Dabei wird zunächst das Butanol, gleichmäßig über eine halbe Stunde verteilt, in den Tank gepumpt. Danach erfolgt die Zugabe der Acrylsäure was drei Stunden in Anspruch nimmt. Die Steuerung des jeweils zugegebenen Volumens wird über die Geschwindigkeit der Pumpen und des bekannten Querschnitts gewährleistet. Die



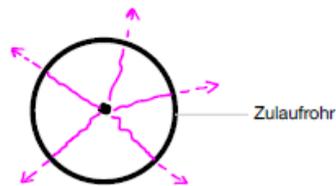
Pumpen schalten sich aus, wenn die Ventile schließen. Sollte die SPS den Befehl für das Abschalten der Pumpen aus nicht vorhersehbaren Gründen nicht richtig übertragen, dann wird ein Druckschalter in den Pumpen ausgelöst. Diese Überdrucksensoren schalten dann die Pumpen aus und verhindern eine Beschädigung dieser Einheiten.

Abbildung 4: Zulauf

Die Zugabe der Acrylsäure erfolgt mittels einem speziell entwickeltem Zulaufrohr. Durch die Form des Werkstücks garantieren wir eine bessere Verteilung der Säure, wodurch der direkte Umsatz mit Butanol verbessert und zusätzlich die Wahrscheinlichkeit von Konzentrationshotspots vermieden wird.



Seitenansicht Zulaufrohr

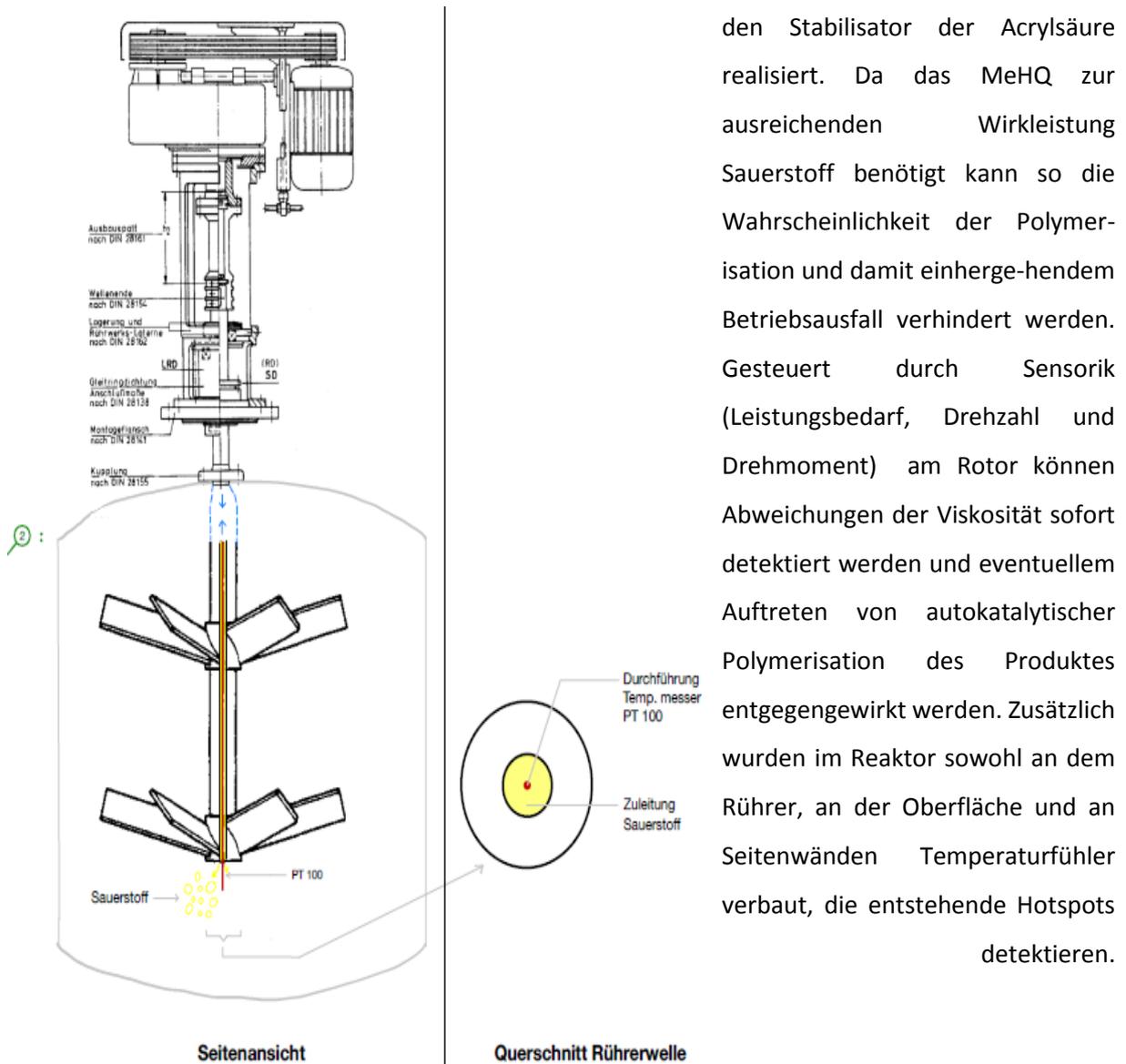


Draufsicht Zulaufrohr

In dem die Polymerisation der Acrylsäure unterbunden wird, erlangen wir eine höhere Ausbeute und Qualität. Zu dem trägt die Form des Zulaufrohrs zu Sicherheitsstandarts unseres Reaktors bei.

Abbildung 5/Grüne Lupe 1: Kegel

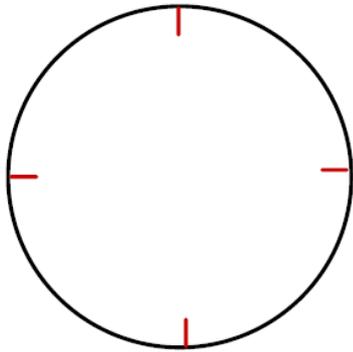
Durch das Rührwerk wird zum einen eine möglichst gute Durchmischung der Reaktionskomponenten erreicht, zum anderen durch eine eingebaute Luftleitung im Rührer ausreichend Druckluftzufuhr für



den Stabilisator der Acrylsäure realisiert. Da das MeHQ zur ausreichenden Wirkleistung Sauerstoff benötigt kann so die Wahrscheinlichkeit der Polymerisation und damit einhergehendem Betriebsausfall verhindert werden. Gesteuert durch Sensorik (Leistungsbedarf, Drehzahl und Drehmoment) am Rotor können Abweichungen der Viskosität sofort detektiert werden und eventuellem Auftreten von autokatalytischer Polymerisation des Produktes entgegengewirkt werden. Zusätzlich wurden im Reaktor sowohl an dem Rührer, an der Oberfläche und an Seitenwänden Temperaturfühler verbaut, die entstehende Hotspots detektieren.

Abbildung 6/Grüne Lupe 2: Rührer

Der Temperaturfühler der durch das Rührwerk geführt wird ist dabei besonders wichtig, weil es zu einer Totzone direkt unterhalb des Rührwerks kommen kann, in der nicht ausreichend durchmischt wird. Die Temperaturfühler sind dann zur Kontrolle des angestrebten Temperaturgradienten relevant, um gekoppelt mit Kühlung und Heizung, während der entsprechenden Phasen konstante Reaktionsbedingungen zu gewährleisten.

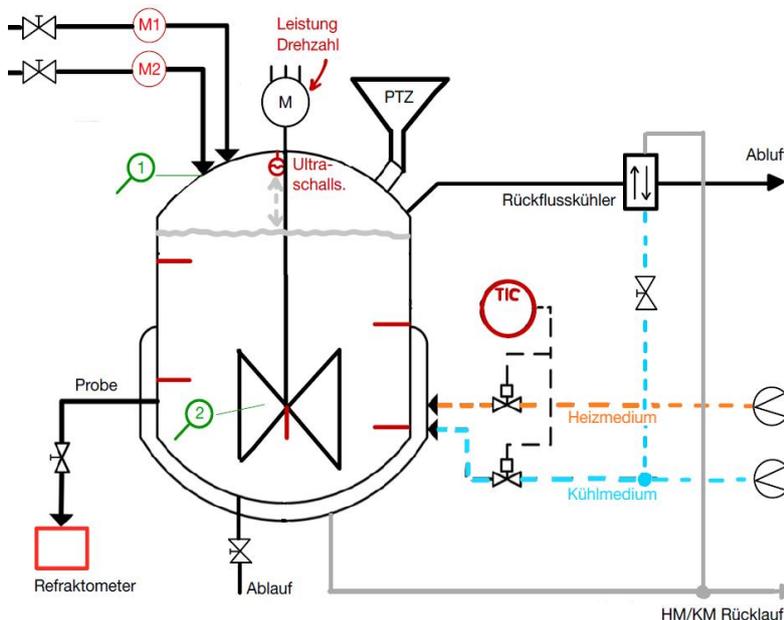


Draufsicht Reaktor

Sollte dennoch eine ungewünschte Nebenreaktion starten kann so bei einem Temperaturanstieg von 3°C sofort der gesamte Stabilisator (PTZ) in das Reaktionsgemisch gegeben und damit eine Eskalation verhindert werden. Es wird als Stabilisator das PTZ genutzt, weil dieser anaerob arbeitet und bei Temperaturen von >100°C funktionstüchtig ist. Dies ist insbesondere wichtig, weil im Fall der Polymerisation ein deutlicher Temperaturanstieg erwartet wird und der Lagerstabilisator MeHQ für Temperaturen über 100°C ungeeignet ist. Um der exothermen Reaktion entgegenzuwirken wird im Ernstfall sofort die Kühlung eingeleitet.

Abbildung 7: Anordnung der Temperaturfühler

Aufgrund dessen, dass durch die Blasenbildung auch Edukte mit aus der Lösung gerissen werden und dies die Ausbeute vermindert, wird auf Abführen des Wasserdampfes verzichtet und ein Rückflusskühler mit eingebautem Wärmetauscher verwendet. Das verwendete Kühlmittel des Rückflusskühlers wird durch den Dampf erwärmt und so vorgewärmt in den Heizkreislauf zurückgeführt.



Als Medium der Heizung und Kühlung wird mineralisiertes Wärmeträgeröl verwendet. Dies ist nötig, weil Temperaturen von über 100°C erwartet werden und dann Kühl- und Heizleistung (von Wasser) bei Sieden verringert wird. Ein weiterer Vorteil ist, dass im Gegensatz zu anderen Ölen und Wasser hier die Dichtungen und Rohre nicht angegriffen werden.

Abbildung 8: Reaktor mit Temperaturregelung

Für die Umsetzung der Reaktion wird ein Temperaturgradient genutzt. Dabei soll Fortschritt der Reaktion durch ständige Messung des Brechungsindex überwacht werden. Dafür wird das vollautomatische Refraktometer genutzt. Nach Versuchen im Labor kann dann abgeschätzt werden, wann genau die Reaktion als abgeschlossen angesehen werden kann, weil sich dieser nicht mehr stark ändert. Relativ zu der Reaktionszeit wird dann von 105 °C auf 95 °C die Temperatur skaliert. Dabei soll die Temperatur bei einem Stoffumsatz von 50, 70 und 80 % um jeweils 5 K gesenkt werden. Anfangs soll die Reaktionstemperatur bei höheren Temperaturen liegen, um kinetisch ausreichenden Fortgang der Reaktion zu gewährleisten. Sobald ausreichend Produkt gebildet ist erhöht sich die Gefahr der Polymerisation des Butylacrylats. Die Wahrscheinlichkeit der Radikalbildung steigt mit erhöhter Temperatur. Um dem entgegenzuwirken soll nach 80% Umsatz eine Temperatur von 95°C genutzt werden. Es muss darauf geachtet werden, dass die Reaktionstemperatur nicht über 120 °C steigt, um ein Verdampfen von Butanol zu verhindern.

#### Schema Signalfluss

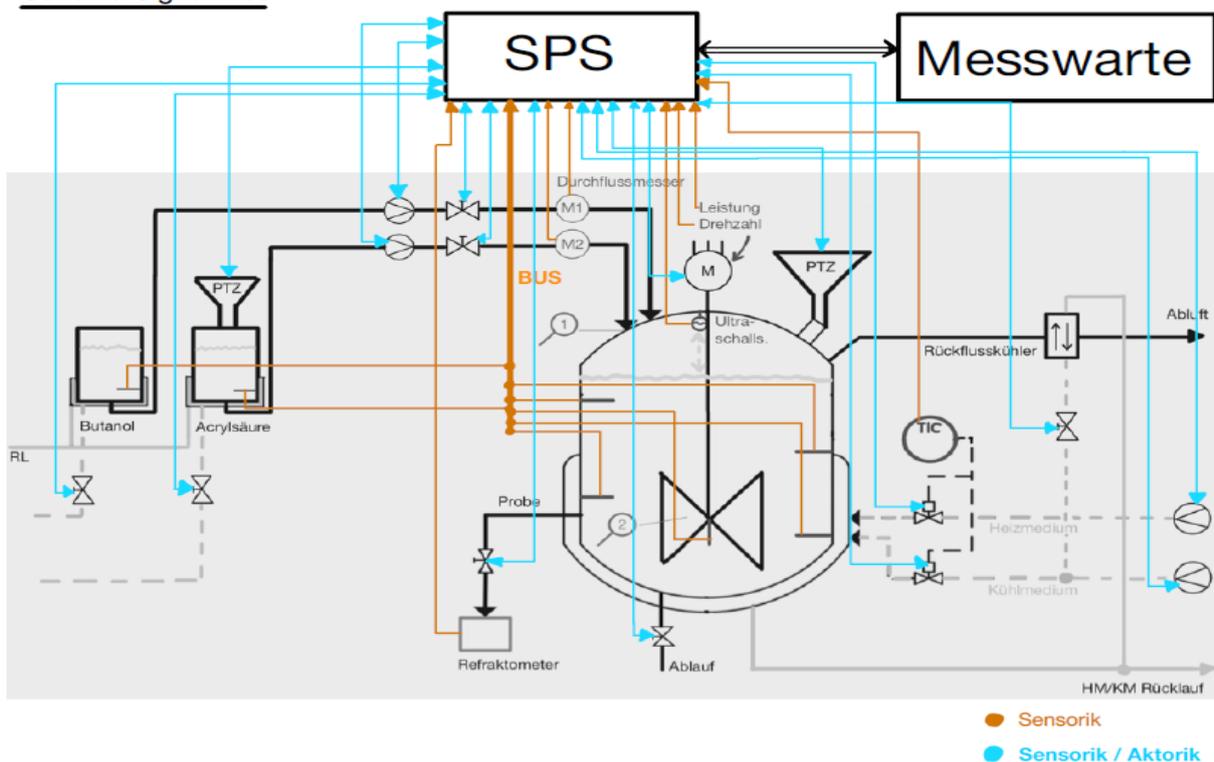


Abbildung 9: Kommunikations-/Regelungssystem

Für die Kommunikation der Sensorik und Aktorik wird PROFIBUS DP verwendet, denn eine hohe Datenrate (bis zu 12 Mbit/s) garantiert eine schnelle und sichere Übertragung. Je nach verwendeter Bitrate ist die Kabellänge zwischen zwei Repeatern auf 200 bis 1200 Meter beschränkt. Da der Weg zwischen der Messwarte und dem Reaktor < 200m beträgt, kann die höchste Bitrate garantiert werden. Außerdem ist Profibus Weltmarktführer, was eine hohe Kompatibilität gewährleistet.

### 3.) Rechnungsprüfung

#### Berechnung der benötigten Volumina pro Füllung

##### 1. Berechnung der Stoffmengen:

###### 1.1. Schwefelsäure:

Die 98%ige Schwefelsäure soll maximal 5 Gew.% der Gesamtmasse ausmachen. Bei 12 m<sup>3</sup> und einer gemittelten Dichte von ca. 1 kg/l kann von 12 t Gesamtmasse ausgegangen werden. Somit ergibt sich für die Schwefelsäure folgendes:

$$m(H_2SO_4) = \frac{5 \cdot 12000}{100} = 600 \text{ kg}$$

$$V(H_2SO_4) = \frac{m}{\rho} = \frac{600 \text{ kg}}{1,8361 \text{ kg/l}} = 326,7 \text{ l}$$

Da es sich hierbei um die maximale Menge an Schwefelsäure handelt, soll mit einem Volumen von 300 l verfahren werden.

###### 1.2. Edukte

$$V_{ges} = 12 \text{ m}^3 - 0,3 \text{ m}^3 = 11,7 \text{ m}^3 \qquad n_B = 1,3 \cdot n_A$$

$$V_{ges} = \frac{n_A \cdot M_A}{\rho_A} + \frac{n_B \cdot M_B}{\rho_B} = \frac{n_A \cdot M_A}{\rho_A} + \frac{1,3 \cdot n_A \cdot M_B}{\rho_B} = n_A \left( \frac{M_A}{\rho_A} + \frac{1,3 \cdot M_B}{\rho_B} \right)$$

$$n_A = \frac{11,7 \text{ m}^3}{\left( \frac{M_A}{\rho_A} + \frac{1,3 \cdot M_B}{\rho_B} \right)} = \frac{11,7 \text{ m}^3}{\left( \frac{72,06 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{1,05 \cdot 10^6 \frac{\text{g}}{\text{m}^3}} + \frac{1,3 \cdot 74,12 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{0,81 \cdot 10^6 \frac{\text{g}}{\text{m}^3}} \right)} = 62371,19 \text{ mol}$$

$$n_B = 1,3 \cdot n_A = 81082,55 \text{ mol}$$

##### 2. Berechnung des Volumens:

$$V_A = \frac{n_A \cdot M_A}{\rho_A} = \frac{62371,19 \text{ mol} \cdot 72,06 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{1050 \frac{\text{g}}{\text{l}}} = 4280,4 \text{ l}$$

$$V_B = \frac{n_B \cdot M_B}{\rho_B} = \frac{81082,55 \text{ mol} \cdot 74,12 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{810 \frac{\text{g}}{\text{l}}} = 7419,5 \text{ l}$$

##### 3. Tagessatz:

Da die Acrylsäure als Unterschusskomponente eingesetzt wird gilt anhand der Reaktionsgleichung folgendes:

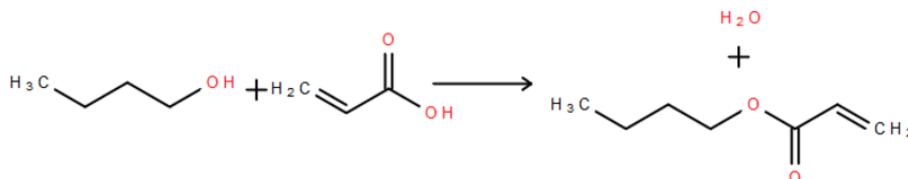


Abbildung 9: Reaktionsgleichung

$$n_A = n_P = 62371,19 \text{ mol}$$

Bei einer Betriebszeit von jeweils 30 min Befüllen und Entleeren und 4 h Reaktionszeit ergibt sich eine Reaktionszeit von 5 h. Pro Tag sind demnach 4,8 Durchläufe möglich.

$$V_P = \frac{n_A \cdot M_P}{\rho_P} = \frac{4,8 \cdot 62371,19 \text{ mol} \cdot 128,17 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{900000 \frac{\text{g}}{\text{m}^3}} = 42,6 \text{ m}^3$$

Mit den angewendeten Parametern ist pro Tag ein Volumen von 42,6 m<sup>3</sup> erreichbar. Dies entspricht nicht dem Ziel von 54 m<sup>3</sup>. Aufgrund verschiedener Sicherheitsaspekte, besonders um die Polymerisation zu verhindern, muss die veranschlagte Zeit eingehalten werden, um Ausfälle während der Produktion zu vermeiden. Durch schnellere Zugabe kann es vermehrt zu Konzentrationsunterschieden innerhalb des Gemisches kommen, wobei hoch konzentrierte Stellen der Acrylsäure durch die eintretende exotherme Polymerisation äußerst gefährlich ist. Das Risiko den Tank schneller oder auf einen höheren Füllstand zu füllen würde so zwar theoretisch den Tagesbedarf decken, hierbei würde allerdings die Wahrscheinlichkeit von Chargen die man verwerfen müsste erheblich steigen, wodurch davon abgesehen wird und das Risiko minimal bleibt. Da allerdings eine Ressourcenschonende und möglichst ökonomische Produktionsweise angestrebt wird, soll hier der Kompromiss zwischen Tagesumsatz und Sicherheitsaspekten erfüllt werden.

Mit diesen Zielen der Produktionsweise einhergehend soll ein Kompromiss zwischen eingesetztem Stoffmengenverhältnis und Umsatz gefunden werden. Ist der Überschuss des Butanols geringer oder liegt es äquivalent vor, steigt die theoretisch erreichbare Menge pro Charge. Gründe dafür sind, dass das Volumen des Reaktors effektiver genutzt werden kann (ohne Totvolumen). Jedoch kommt es hierbei zu Verlusten durch eine schlechtere Ausbeute, wodurch die eingesetzten Stoffe unvollständig verbraucht werden.

Wird Butanol im Überschuss zugegeben, wird nach Le Chatelier und Braun das Gleichgewicht der Reaktion auf die Seite der Produkte verlagert. Damit ergibt sich ein besserer Stoffumsatz und eine effizientere Nutzung der Edukte. Das überschüssige Butanol ist weniger umweltschädlich und billiger als die Acrylsäure, wodurch sich hier ein weiterer Vorteil ergibt.

### Berechnung der OH-Gruppen

$$\text{OHZ}=4 \rightarrow 4 \text{ g KOH} \quad \frac{n(\text{KOH})}{56,11 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 7,13 \frac{\text{mol}}{100 \text{ g}} \quad M(\text{OH}) = 17 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$\text{OH}\% = 1,21$$

## Kosten-/Wirtschaftlichkeitsrechnung pro Jahr

Materialkosten	Stoff/Bestandteil	Menge	Preis/Menge	Summe
	Elektroantrieb Rührwerk	1	1000 €/Stück	1.000 €
	Temperatursensor	5	100 €/Stück	500 €
	Füllstandssensor	1	200 €/Stück	200 €
	Pumpe groß	1	1000 €/Stück	1.000 €
	Pumpe klein	1	600 €/Stück	600 €
	Durchflusszähler	2	2000 €/Stück	4.000 €
	Rückflusskühler	1	1500 €/Stück	1.500 €
	Silo für PTZ	2	1000 €/Stück	2.000 €
	Rührwerk	1	15000 €/Stück	15.000 €
	Drehzahlgeber	2	70 €/Stück	140 €
	Kegel für Verteilung	1	100 €/Stück	100 €
	vollautomatisches Refraktometer	1	11050 €/Stück	11.050 €
	Kabel	1650m	verschieden	915 €
	Signalhorn, Leuchten	1	500 €/Stück	500 €
	Isolation und Montage	1		1.800 €
	Absperrventile	6	400 €/Stück	2.400 €
Chemikalien	Schwefelsäure	1000 t	142 €/t	142.406 €
	Phenothiazin	300 t	668 €/t	200.258 €
	Butanol	10530 t	490 €/t	5.154.644 €
	Acrylsäure	7875 t	1335 €/t	10.513.551 €
Entwicklungskosten	Ingenieurkosten	6	50 €/h; 6 Tage	12.000 €
Gemeinkosten	Stromkosten	25000 kWh	0,25 €/kWh	6.250 €
	Miete			20.000 €
	Ölkosten (einmalig)	2000l	0,5 €/l	1.000 €
	Wartungskosten inkl. Reinigung	2x jährlich	10h; 50 €/h; 2P 50 €/h; 365	5.000 €
	Lohnkosten	24h	Tage	438.000 €
<b>Gesamt</b>				<b>16.535.814 €</b>
<b>Gewinn</b>	Butylacrylat inkl. Ausfällen, Wartungen	13502,12 t	1,78 €/kg	<b>24.033.774 €</b>
<b>Umsatz</b>				<b>7.497.960 €</b>

### 4.) Sicherheitskonzept – Redundantes System

#### Schutzmaßnahmen

Der Reaktor soll in einer größeren Industrieanlage integriert werden, weshalb davon auszugehen ist, dass in der Anlage bereits ein Brandschutzsystem und ein NOT-AUS-System vorhanden ist. Zu dem sind die Überwachungseinheiten mit akustischen und optischen Gefahrensignalen nach der DIN EN 981 ausgestattet.

## Reaktionsdetermination

Um einen fehlerhaften Reaktionsverlauf sofort determinieren zu können, ist es nötig einen Stabilisator in den Reaktor und/oder Acrylsäuretank einzuführen. Die ROT GmbH wird den Feststoff PTZ als Stabilisator einsetzen. Der Reaktor und der Acrylsäuretank (kurz AST) werden jeweils an einem PTZ - Silo angeschlossen, aus dem in einer irregulären Situation PTZ schnellst möglich zugeführt wird. Ein fehlerhafter Reaktionsverlauf liegt an, wenn die Temperatur im Reaktor oder im AST einen kritischen Wert überschreitet oder die Acrylsäure polymerisiert. Die Temperatur wird über Sensoren kontrolliert. Bei der Polymerisation wird das Reaktionsgemisch im Reaktor zähflüssiger. Die Viskosität der Substanz lässt sich über die Sensoren der Motorsteuerung ermitteln. Beide PTZ-Silos können unabhängig

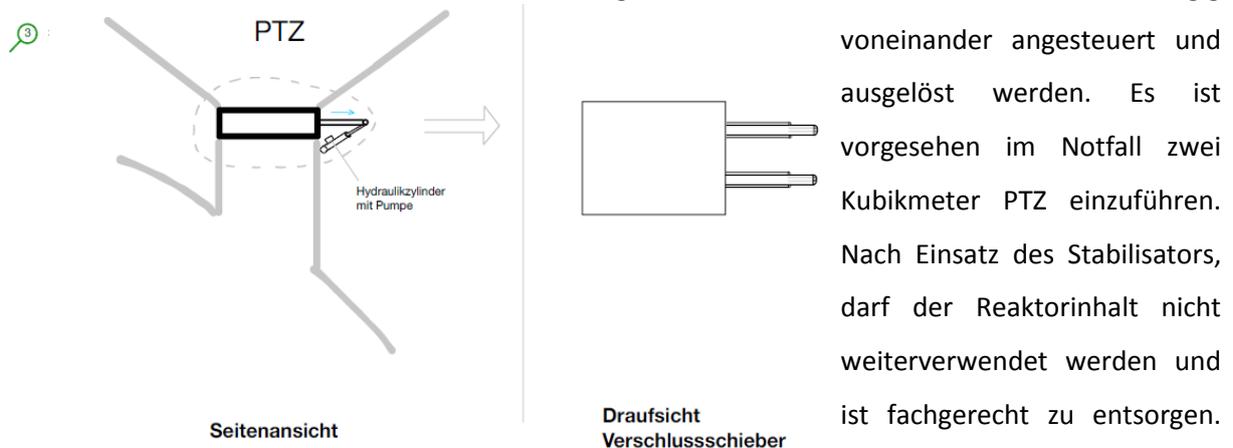


Abbildung 10/Grüne Lupe 3: Sicherheitsklappe

## Reaktorüberlaufkontrolle

Das Befüllen des Reaktors wird durch ein redundantes System kontrolliert. Dieses System soll verhindern, dass der Reaktor durch Überfüllung beschädigt wird. Die Pumpen werden durch die Durchflussmesser kontrolliert und melden der SPS die aktuelle eingeflossene Menge der Ausgangsstoffe. Das redundante System kontrolliert über einen Ultraschallsensor ob eine bestimmte Füllmenge im Reaktor überschritten wird. Der Ultraschallsensor wird nur ausgelöst, wenn ein Fehler bei den Durchflussmessern vorliegt.

Die ROT GmbH steht Ihnen und Ihren Partnern mit Erfahrung und Kompetenz im Bereich der Reaktoroptimierung zu Seite. In einer Welt, in der die Anforderungen an Umweltschutz, Qualität und Ressourceneffizienz steigen, hilft die ROT GmbH, Firmen weltweit, wirtschaftliche Lösungen zu finden. Als Dresdner Unternehmen legt die ROT GmbH mit Ihnen Fundamente für eine wirtschaftlich erfolgreiche Zukunft und hilft Ihnen sich weiter zu entwickeln.