

# ROCESSNET Fachgemeinschaft Sicherheitstechnik

# Info-Brief Nr. 27

Juni 2008

# Mitgliederinformation der Fachsektion Sicherheitstechnik

### INHALT

- An die Mitglieder
- · Neues aus der Fachgemeinschaft
- · Aus den Arbeitsgremien
  - Reaktionstechnische Grundlagen zur Umwandlung einer diskontinuierlichen in eine kontinuierliche Prozessführung
  - Sicherer Betrieb eines Mikrorohrreaktors am Beispiel einer Fluorierungsreaktion
- Veranstaltungskalender

# An die Mitglieder

# 30 Jahre Gremienarbeit zur "Sicherheitstechnik in Chemieanlagen"

Wir begehen ein Jubiläum. Am 5. Juli 1978, also vor DECHEMA/GVC-Jahren, wurde der "Sicherheitstechnik Gemeinschaftsausschuss Chemieanlagen" gegründet. Dies war der erste Schritt einer Entwicklung, die schließlich zur ProcessNet-Fachgemeinschaft "Sicherheitstechnik" geführt hat.

Gottfried Kremer von der Hoechst AG, der erste Vorsitzende des Gemeinschaftsausschusses, hatte sich auf der DECHEMA-Jahrestagung 1978 mit der gesellschaftlichen Kritik an der Sicherheit verfahrenstechnischer Anlagen und aktuellen rechtlichen Entwicklungen auseinandergesetzt, darunter die in Erarbeitung befindliche Störfall-Verordnung. Er ging auf einen Weg ein, Kritik nicht einfach mit Daten und Fakten zurückzuweisen, die ohnehin angezweifelt werden, sondern das eigene Bemühen um mehr Sicherheit darzustellen, die Methodik des Denkens und Arbeitens zu erläutern und die daraus resultierenden Maßnahmen mit ihren Auswirkungen zu beschreiben.

Die Gründung und die Arbeit des DECHEMA/GVC-Gemeinschaftsausschusses ist für ihn der Versuch, die eigenen Anstrengungen zur Erhöhung der Sicherheit weiter zu steigern und damit eine Alternative zu einer steigenden Zahl gesetzlicher

Regelungen anzubieten, die er nach einer FAZ-Überschrift "Wanderdüne der Paragraphen" nennt.

Folgerichtig hatte sich der Ausschuss seinerzeit zur Aufgabe gemacht, ein allgemeines Sicherheitskonzept für die chemische Technik zu erarbeiten, im Rahmen dieses Sicherheitskonzepts Öffentlichkeitsarbeit zu betreiben durch Vortragsveranstaltungen, Aufsätze und Diskussionen sowie Arbeiten zu konkreten Einzelthemen auf diesem Gebiet, auch für technische Regeln und Richtlinien, anzuregen und zu koordinieren. Die Mitarbeit von Vertretern Bundesan-Berufsgenossenschaft, stalten. Technischer Überwachung, Industrie und Wissenschaft sollte den Arbeiten des Ausschusses von Anfang an einen repräsentativen Charakter verleihen.

1979 folgte der erste DECHEMA-Kurs "Sicherheitstechnik in der Chemischen Industrie" unter Leitung des 2004 verstorbenen Prof. Schecker, weitere Kurse folgten. Das erste sicherheitstechnische Tutzing-Symposion stand unter dem Thema "Das Sicherheitskonzept für die Chemische Technik". Heute kennzeichnen vier DECHEMA-Monographien, die Volumes 1 bis 7 der "Praxis der Sicherheitstechnik" sowie weitere Highlights, wie die Datenbank CHEM-SAFE, die Ereignisdatenbank und viele andere Aktivitäten die erfolgreiche Arbeit des Gemeinschaftsausschusses und der 1994 gegründeten Fachsektion.

Die damalige Motivation, den Gemeinschaftsausschuss "Sicherheitstechnik in Chemieanlagen" zu gründen, lässt sich in folgenden Stichworten zusammenfassen:

- steigende Anforderungen an die Sicherheitstechnik in Chemieanlagen
- Eigenverantwortung der Betreiber von Chemieanlagen wahrnehmen und erhalten
- Initiative ergreifen statt nur zu reagieren.

Wir denken, dies gilt auch heute noch.

Zur Würdigung dieses Jubiläums planen wir ein Themenheft der "Chemie Ingenieur Technik", das im Januar 2009 erscheinen soll. Darin mehr zur Historie der Fachgemeinschaft wie zu aktuellen Themen.

# 9. Fachtagung "Anlagen-, Arbeits- und Umweltsicherheit" in Köthen (Anhalt)

Im Jubiläumsjahr beteiligt sich die Fachgemeinschaft Sicherheitstechnik erstmals an der 9. Fachtagung "Anlagen-, Arbeits- und Umweltsicherheit" am 6./7. November 2008 in Köthen und verzichtet dafür auf das Fachthema Sicherheitstechnik auf der Process-Net-Jahrestagung 2008 in Karlsruhe. Das Programm der Köthener Tagung wird in Kürze unter http://www.hs-anhalt.de/fachtagungen/ abrufbar sein.

Den Mitgliedern der Fachgemeinschaft wird es außerdem per E-Mail zugesandt.

Anders als in der Vergangenheit findet die Tagung nicht in den Köthener Räumlichkeiten der Hochschule Anhalt (FH) statt, sondern im Schloss Köthen (http://www.koethen-anhalt.de/). Im Zentrum der Veranstaltungsräume steht die als Konzertsaal wieder aufgebaute Reithalle, die erst im März diesen Jahres eingeweiht wurde.

Der Programmausschuss konnte sich kürzlich davon überzeugen, dass die neuen Räumlichkeiten der Tagung ein angemessenes Ambiente bieten. Wir denken, dass die alternierende Teilnahme der Fachgemeinschaft an der ProcessNet-Jahrestagung und der Köthener-Fachtagung ein erfolgreiches Konzept für die Zukunft ist und freuen uns auf Ihre zahlreiche Teilnahme.

# Übrigens, wussten Sie schon, dass...?

Seit Anfang diesen Jahres gibt **acatech**, die Deutsche Akademie der Technikwissenschaften. Die wissenschaftliche Arbeit bei acatech ist in Themennetzwerken und Projektgruppen organisiert. Im Juni fand die Auftaktsitzung des neuen Themennetzwerkes Sicherheit statt. Erste Informationen hierzu finden Sie unter http://www.acatech.de/. Arbeitsrichtung wird die technische Sicherheit sein, auch in Verbindung mit "Security"-Aspekten. Sobald konkrete Themen feststehen, die unsere Fachgemeinschaft betreffen, informieren wir sie.

# Neue Rubrik: Neues aus der Fachgemeinschaft

Mit dieser Rubrik wollen wir Sie als "sicherheitstechnische Community" über Interna, Personalia, Institutionen etc. der Fachgemeinschaft auf dem Laufenden halten. Über entsprechende Informationen aus Ihrem Kreis sind wir dankbar.

# Zum weiteren Inhalt

Auch diesmal berichten wir wieder aus der Arbeit der Gremien der Fachgemeinschaft. Der Arbeitsausschuss "Reaktionstechnik sicherheitstechnisch schwieriger Prozesse" hat sich auf der letzten Herbstsitzung intensiv mit der Umsetzung von diskontinuierlichen Prozessen zu kontinuierlichen befasst. Dass dabei die Mikroverfahrenstechnik nicht zu kurz gekommen ist, wundert heute niemanden. Die abgedruckten Beiträge behandeln das Thema einmal von den Grundlagen her und einmal von der praktischen Seite.

Und noch ein Hinweis: Institutsdarstellungen werden von nun an nicht mehr in jedem Info-Brief enthalten sein. Die Zahl der relevanten Institute ist endlich. Anregungen werden aber gerne entgegengenommen (E-Mail: mitropetros@dechema.de).

Soweit für diesen Jubiläums-Info-Brief

Ihr Fachsektionsvorstand



# Neues aus der Fachgemeinschaft

# Honorarprofessur für die Anlagensicherheit in der chemischen Industrie

Herr Dr.-Ing. Jürgen Schmidt, Ludwigshafen, gewähltes Mitglied im Lenkungskreis der Fachgemeinschaft sowie Vorsitzender des Arbeitsausschusses "Sicherheitsgerechtes Auslegen von Chemieanlagen" und des Temporären Arbeitskreises "Druckentlastung", hat im April diesen Jahres an der Universität Karlsruhe seine Antrittsvorlesung als Honorarprofessor für die Anlagensicherheit in der chemischen Industrie erhalten. Wir beglückwünschen Herrn Schmidt und wünschen ihm für diese Aufgabe im Interesse der Sicherheitstechnik in Chemieanlagen viel Erfolg (http://www.ebig.uni-karlsruhe.de/526.php).

# Nachruf Dr. Richard Louis Rogers

Am 30. Dezember 2007 verstarb unser Kollege und mein Freund Dr. Richard Rogers. Noch Anfang November hielt er im Expertenkreis unseres ProcessNet Arbeitsausschusses "Sicherheitsgerechtes Auslegen Chemieanlagen" einen Vortrag über die Druckentlastung



hybrider Reaktionen. Einige Tage danach habe ich lange mit ihm telefoniert. Er hatte gerade von seiner Erkrankung erfahren. Sein Tod hat mich persönlich sehr getroffen. Er kam unerwartet und viel zu früh – Richard wurde 56 Jahre alt.

Dr. Richard Rogers hat sich nach dem Studium der Angewandten Chemie und der anschließenden Promotion an der Universität London bei der Fa. ICI Fine Chemicals Manufacturing Organisation (später ZENECA) in England bereits früh einen Namen als Experte für Sicherheitstechnik erworben. 16 Jahre lang hat er dort in der Hazard & Process Studies Group gearbeitet, davon die letzten 6 Jahre als Leiter, bevor er 1994 nach Deutschland zur Fa. Inburex Consulting GmbH nach Hamm wechselte. Hier leitete er den Bereich Prozesssicherheit sowie das Forschungs- und Prüflabor. Zudem koordinierte er wichtige Forschungsaktivitäten.

Mehr als 50 Publikationen und ungezählte Vorträge im Rahmen von Weiterbildungen und in Expertenkreisen haben ihn zu einem geschätzten Berater gemacht. Er war Mitglied in zwei ProcessNet Arbeitsausschüssen der DECHEMA, gehörte dem Editorial Board of Journal of Loss Prevention in the Process Industries und I.Chem.E. Journal Process Safety and Environmental Protection an, war lange Jahre Mitglied in der European DIERS User Group und gefragter Experte sowie Vorsitzender von Arbeitskreisen in verschiedenen Normungsausschüssen von z. B. DIN EN, CEN, CENELEC, EFCE. Auf europäischer Ebene hat er als Koordinator oder Partner u. a. bei den Projekten HIVES, RASE, CHEERS und INSIDE mitgewirkt.

Fachkollegen hat Richard durch seine zurückhaltende, stets fachkundige Art beeindruckt. Persönlich erinnere ich mich gerne an viele Fachdiskussionen, aber auch private Gespräche mit ihm am Rande von Tagungen zurück. Er wird uns in Erinnerung bleiben. Mir wird er sehr fehlen.

Professor Dr. Jürgen Schmidt, Neustadt

# Neuer Temporärer Arbeitskreis "Vorbeugender Brandschutz in der Chemischen Industrie"

Im Februar 2008 hatte der Temporäre Arbeitskreis "Vorbeugender Brandschutz in der Chemischen Industrie" seine konstituierende Sitzung. Der Arbeitskreis wird sich mit allen Aspekten des vorbeugenden Brandschutzes in der chemischen Industrie beschäftigen. Ziel des Arbeitskreises ist es, Grundlagen ganzheitlicher Brandschutzkonzepte für Chemieanlagen zu erarbeiten. Geleitet wird der Arbeitskreis von Dr. Guido Wehmeier, Lampertheim. Die Selbstdarstellung des Arbeitskreises finden Sie unter http://www.processnet.org/.

# Neuer DECHEMA-Weiterbildungskurs "Stoff- und Energiefreisetzungen in der Sicherheitstechnik"

Am 26. November 2008 führt die DECHEMA erstmals einen Weiterbildungskurs zum Thema Stoffund Energiefreisetzungen in der Sicherheitstechnik
durch. Der Kurs wurde vom Arbeitsausschuss "Stoffund Energiefreisetzungen" konzipiert und wird vom
Ausschussvorsitzenden Herrn Prof. Schönbucher geleitet. Behandelt werden die in Störfallablaufszenarien zu betrachtenden Freisetzungs- und
Ausbreitungsmechanismen einschließlich der einschlägigen Berechnungsmodelle.

# BAM-Testgelände Technische Sicherheit

Im Mai diesen Jahres wurden die Baumaßnahmen auf dem Freiversuchsgelände der BAM Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung nach fast sechsjähriger Bautätigkeit mit einem Investitionsvolumen von rund 24 Mio. Euro abgeschlossen. Damit ist ein in Europa in Größe und Ausstattung einzigartiges Versuchsgelände für Untersuchungen zum sicheren Umgang und Transport von gefährlichen Stoffen und Gütern geschaffen (http://www.bam.de/de/aktuell/presse/pressemitteilun gen/pm\_2008/pm7\_2008.htm).

# Reaktionstechnische Grundlagen zur Umwandlung einer diskontinuierlichen in eine kontinuierliche Prozessführung

P. Hugo, Institut für Chemie der TU Berlin

Die Reaktionstechnik liefert allgemeine Regeln, die als Entscheidungshilfe für die Umwandlung einer diskontinuierlichen in eine kontinuierliche Prozessführung dienen können. Der vorliegende Beitrag beschränkt sich dabei auf den einfachen Fall homogener Flüssigphase-Reaktionen.

Ausgangspunkt ist die Forderung, dass nach der Umwandlung der Prozessführung im kontinuierlichen Verfahren mindestens die gleiche Menge produziert werden kann und die Qualität des Produktes gleichwertig ist. Reaktionstechnisch bedeutet das, dass der diskontinuierliche und der zu vergleichende kontinuierliche Prozess den gleichen Umsatz und die gleiche Selektivität liefern. Zur Berechnung der Selektivität werden dabei alle neben der Sollreaktion ablaufenden Reaktionen, die die Produktqualität beeinflussen, zu einer Nebenreaktion mit einer summarischen Reaktionsgeschwindigkeit zusammengefasst.

Diskontinuierliche Flüssigphase-Reaktionen werden im Falle schwach exothermer Reaktionen im Batch. im Falle stärker exothermer Reaktionen als Semibatch-Prozess Zudosierung mit eines der Reaktionspartner durchgeführt. Hinsichtlich der Selektivität unterscheiden sich diese beiden Formen der diskontinuierlichen Prozessführung im Allgemeinen kaum. Das liegt daran, dass die Selektivität nur vom Verhältnis der Geschwindigkeiten der summarischen Nebenreaktion zur gewünschten Sollreaktion abhängt. In diesem Verhältnis kürzt sich in der Regel die Konzentration der zudosierten Komponente heraus.

Eine der elementaren Grundregeln der Reaktionstechnik besagt. dass bei isothermer Reaktionsführung der Batch Reaktor und das kontinuierliche Strömungsrohr bei aleicher Damköhlerzahl den gleichen Umsatz liefern. Das bedeutet, dass die Verweilzeit im kontinuierlichen Reaktionsdauer Rohrreaktor der diskontinuierlichen Prozess entsprechen sollte. Bei den typischen Prozessdauern diskontinuierlicher Verfahren von einigen Stunden bedeutet dies extrem lange Rohre mit langsamem Durchsatz. Alle Möglichkeiten, dieses Problem zu umgehen, wie z. B. höhere Reaktionstemperaturen oder den Einsatz von Durchfluss-Kreislaufrektoren, gehen auf Kosten der Selektivität und damit der Produktqualität. Einen Sonderfall bilden dosierungskontrollierte Semibatch-Prozesse, bei denen nicht die dann sehr hohe Reaktionsgeschwindigkeit, sondern die Wärmeabfuhr über die Kühlung maßgeblich für die Dosierdauer ist. Aus den genannten Gründen sollte im kontinuierli-Prozess chen ein Rohrreaktor bzw. Rohrbündelreaktor mit entsprechender Kühlung verwendet werden. Der Rohrdurchmesser ist dabei so

zu wählen, dass eine sichere Reaktionsführung gewährleistet ist. Die Reaktionstechnik liefert für diesen Fall einfache Kriterien.

Ein maßgeblicher Parameter zur Beurteilung ist die Reaktionskenngröße B, in der in dimensionsloser Form die Aktivierungsenergie E und die Reaktionswärme  $\Delta H$  oder die daraus berechenbare adiabatische Temperaturdifferenz  $\Delta T_{ad}$  zusammengefasst werden:

$$B = (E \cdot \Delta T_{ad}) / (R T_{W}^{2})$$

Wenn dieser Wert B größer als etwa 1.4 wird, kann das Reaktionsgemisch im gekühlten Rohr zünden. Um das zu vermeiden, muss der Rohrdurchmesser kleiner als der kritische Rohrdurchmesser d $_{\rm c}$  gewählt werden [ 1 ]. Eine Abschätzung dieses Wertes ist nach dem Frank-Kamenetskii-Modell für das thermische Zünden möglich.

Bezeichnet man die Temperaturleitfähigkeit des Reaktionsgemisches mit

 $a = \lambda / (\rho \cdot c_p)$ 

und die Zeitkonstanten der Sollreaktion mit

 $\tau_{R} = C_{0} / r_{0}(T_{W})$ , so

lautet die Beziehung für den kritischen Durchmesser

$$d_c = 2 \cdot \sqrt{(2 a \tau_R / B)}$$

Typische Werte der Temperaturleitfähigkeit a für chemische Synthesen in der flüssigen Phase bei mäßigen Temperaturen (50° bis 100°C) betragen etwa 10 $^{-7}$  m²/s . Als Beispiel soll für eine Wandtemperatur  $T_{\rm w}$  = 323 K des gekühlten Rohres der kritische Rohrdurchmesser für zwei Grenzfälle angegeben werden. Im noch unkritischen Fall einer schwach exothermen Reaktion,  $\Delta T_{ad}$  = 40 K, mit kleiner Aktivierungsenergie, E = 40 kJ/mol, d. h. B = 1,85, die zugleich recht langsam abläuft,  $\tau_{\rm R}$  = 3 Stunden  $\approx$  10000 s, berechnet man einen kritischen Durchmesser von  $d_c$  = 0,066 m = 6,6 cm.

Für den sehr kritischen Fall einer stark exothermen Reaktion,  $\Delta T_{ad}$  = 250 K, die zugleich eine hohe Aktivierungsenergie besitzt, E = 120 kJ/mol, d. h. B = 35, und sehr schnell abläuft,  $\tau_R$  = 100 s, erhält man einen kritischen Durchmesser von d<sub>c</sub> = 0,0015 m = 1,5 mm. Dies ist der Bereich der Mikroreaktionstechnik.

Bei der Umwandlung einer diskontinuierlichen in eine kontinuierliche Prozessführung sind drei Fälle zu unterscheiden:

1. Es gibt nur eine eindeutige Reaktion. In diesem Falle reicht der Umsatz zur Charakterisierung der Produktqualität aus. Hier ist es empfehlenswert, für die kontinuierliche Produktion einen Durchfluss-Kreislaufreaktor [ 2 ] mit einem Rohrbündelreaktor im Kreislaufstrom zu verwenden. Der erforderliche Umsatz wird über die Gesamtverweilzeit eingestellt. Der Rohrbündelreaktor wird thermisch nach dem Prinzip des kritischen Rohrdurchmessers ausgelegt.

- 2. Die Sollreaktion ist sehr schnell. Die kontinuierliche Reaktion erfolgt in einem Rohrbündelreaktor im einfachen Durchfluss, wobei der Umsatz über den Durchsatz eingestellt wird. Die Selektivität ist, wie oben erläutert, die gleiche wie im diskontinuierlichen Fall. Der Rohrbündelreaktor wird thermisch nach dem Prinzip des kritischen Rohrdurchmessers ausgelegt
- 3. Langsame Reaktion mit Selektivitätsproblemen. Dieser Fall würde im Falle der kontinuierlichen Reaktionsführung Rohreaktoren mit mehrstündiger Verweilzeit erfordern. Andere kontinuierliche Reaktoren, die ein besseres Selektivitätsverhalten aufweisen sind auf jeden Fall konstruktiv aufwendig. Offensichtlich stößt in einem solchen Fall die Übertragung auf ein kontinuierliches Verfahren an Grenzen.

### Literatur

[1] J. Steinbach: "Chemische Sicherheitstechnik "VCH Verl., Weinheim u. a. 1995, S.138 - S.147 [2] P. Hugo: "Stabilität und Zeitverhalten von Durchfluß - Kreislauf - Reaktoren", Ber. Bunsenges. **74** (1970), S.121 - S.127

# Sicherer Betrieb eines Mikrorohrreaktors am Beispiel einer Fluorierungsreaktion

F. Lopez, M. Nau, Bayer Schering Pharma AG, Berlin

Der Mikroreaktionstechnik fällt zunehmend eine höhere Bedeutung zu. Mit ihrer Hilfe können diskontinuierliche Prozesse in kontinuierliche überführt werden und dabei etliche Vorteile kontinuierlicher Verfahren, wie z.B. ein günstigeres Verhältnis Oberfläche zu Reaktionsvolumen, erzielen.

Die Gefahrenmomente beim Betrieb eines kontinuierlichen Prozesses können von der chemischen Reaktion (gefährlicher Druckaufbau) oder durch unerwünschte Reaktionen im Bereich der Vorratsgefäße, der Auffangbehälter oder bei Leckagen herrühren.

Exotherme Reaktionen können zu unerwünschten Temperatur- sowie damit verbunden Druckerhöhungen führen.

Eine mögliche Herangehensweise bei der Sicherheitsbetrachtung eines chemischen Verfahrens ist die "Worst-Case-Betrachtung" (totale Akkumulation, Adiabasie, geschlossenes System). Die Beurteilung des gesamten Verfahrens erfolgt durch Kopplung der Reaktionsdaten mit den Anlagedaten. Zwar besteht in der Reaktionstechnik eine Analogie zwischen Batch-(BR) und Rohrreaktoren (PFTR: plug flow tube reactor), jedoch führt die Übertragung der "Worst-Case-Betrachtung" nach Vorbild eines BR zu übertrieben konservativen Auslegungen eines PFTR. Gründe dafür sind die eingeschränkte Adiabasie des PFTR sowie die Tatsache, dass Rohrreaktoren i.d.R. offene Systeme darstellen.

Um eine Mikrorohrreaktoranlage zu beurteilen, ist daher ein anderer Ansatz notwendig. Basis unserer Beurteilung ist ein "Bagatellmengen-Ansatz". Nach diesem Ansatz gilt, dass das Gefahrenpotential einer Mikrorohrreaktoranlage mit den üblichen Laborschutzmaßnahmen beherrschbar ist, wenn

<u>A</u> Vorlagenvolumen < 1 Liter je Gebinde

 $\underline{\underline{B}}$  Reaktionsvolumen < 1 Liter max. 5 Liter

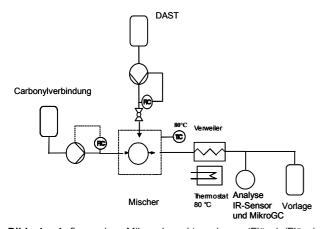
sind.

Die Überschreitung der jeweiligen Bagatellmenge impliziert eine genaue Analyse des betreffenden Anlagebereiches.

Eine Überschreitung im Fall  $\underline{A}$  erfordert die Stabilität der Reinstoffe bzw. Lösungen, keine Gefährdung durch unbeabsichtigt austretende Stoffe, keine Freisetzung von Gefahrstoffen bei Abweichen vom Soll-Betrieb und keine Rückvermischung mit den Edukten.

Eine Überschreitung im Fall <u>B</u> setzt voraus, dass die Auslegungsgrenzen des Reaktors nicht überschritten werden und dass die Verfahrensparameter eingehalten werden.

Eine Überschreitung im Fall  $\underline{C}$  erfordert die Stabilität der Produktlösung unter den vorherrschenden Bedingungen sowie die Einhaltung der Verfahrensparameter, um ggf. gefährliche Akkumulationen im Auffangbehälter zu verhindern.

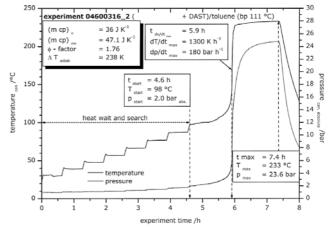


**Bild 1**: Aufbau der Mikrorohrreaktoranlage (Flüssig/Flüssig-Kontakter, Materialien: Edelstahl und Teflon, Temperaturen: 90 bis 100°C)

Die hier betrachtete Anlage setzt sich aus einem Rohrreaktor im temperierten Ölbad, ca. 500 ml Reaktionsvolumen, 5 l Eduktvorlage, 10 l Lösemittelvorlage sowie 80 l Laugevorlage im Auffangbehälter zusammen.

Die durchzuführende Reaktion ist die geminale Difluorierung eines Ketons mit Diethylamino-Schwefeltrifluorid (DAST) in Toluol. Besonderes Merkmal dieser Umsetzung ist die stark exotherme, thermische Zersetzung von DAST ( $\Delta H_R$  ca. -220 kJ/mol) in Toluol ab ca. 80°C sowie die ebenfalls starke Exothermie der gewünschten Reaktion ( $\Delta H_R$ 

ca. -410 kJ/mol<sub>Keton</sub>). Die Reaktion wird bei 90 bis 100°C durchgeführt, d.h. im Bereich der thermischen Zersetzung des Fluorierungsagenz. Die Ausbeute ist jedoch hoch.



**Bild 2**: Reaktion vom Keton und DAST im adiabatischen Batch-Reaktor ( $T_{Start}$  ca. 100°C;  $\Delta Tad = 238$  K;  $p_{max}$  ca. 24 bar; (dT/dt)max = 22 K/min; (dp/dt)max = 3)

Aufgrund der Datenlage wurden u.a. folgende Schutzmaßnahmen ergriffen:

- Druckaufbau: Verwendung druckfester Rohre (320 bar), Fritten/Filter vor Eduktpumpen, Sollbruchstellen in nicht-druckfesten Bereichen.
- Explosionsfähige Atmosphäre: Edukte mit Argon überlagert, luftfreier Betrieb.
- Unzulässige Temperaturen: manuelle Kontrolle der Innentemperatur des Rohrreaktors sowie Temperatur der Quench-Lösung über Messfühler.
- Korrosion: regelmäßige Kontrolle auf Korrosionsschäden.

### **Fazit**

Die Umsetzung mit DAST unter Zersetzungsbedingungen ist sicher im Konti-Betrieb möglich; Temperaturen im Bereich 90 bis 100°C sind für hohe Umsätze nötig, die Verweilzeit liegt im Bereich 60 bis 120 min., mittels IPC werden Prozessparameter gesteuert.

Das Verfahren wird im Bereich der "Mini-Verfahrenstechnik" durchgeführt, wobei folgende Parameter interessant sind: Rohrdurchmesser von 1 bis 5 mm, Rohrlängen bis 20 m und Rohrvolumina bis 500 ml, Durchsätze von 5 bis 10 kg/d (3 parallele Modulstränge). Eine entsprechende Logistik und Betriebsanbindung zur Ver- und Entsorgung der Lösungen ist notwendig.

# Veranstaltungskalender

(Siehe auch http://www.processnet.org/SIT)

Tagungen / Kolloquien / Workshops 2008:			
0308.08.	32nd International Symposium on Combustion; McGill University, Montréal, Kanada; http://combustion2008.mcgill.ca	20.11., 15:00	DECHEMA – Kolloquium: "Druckstöße, Dampfschläge und Pulsationen in Rohr- leitungen – Modellierung und Ver- meidungsstrategien für die Praxis"; DECHEMA-Haus, Frankfurt am Main;
1417.09.	6th International Seminar on Flame Structure; Brüssel, Belgien; http://www.vub.ac.be/ISFS6	0102.12.	www.dechema.de/kolloquien  IFP Sessions - LES for Internal Combustion Engine Flows;
2930.09.	Third European Security Research Conference (SRC'08); Paris, Frankreich; http://www.src08.fr		IFP Rueil-Malmaison, Frankreich; http://www.ifp.com
20.00.00.40	·	Tagungen / Kolloquien / Workshops 2009:	
30.0902.10.	5th International ESMG-Symposium on Process Safety and Industrial Explosion Protection; Nürnberg; http://www.safetynet.de	12.02., 15:00	DECHEMA – Kolloquium: Stoff- und E- nergiefreisetzungsraten in der Sicherheitstechnik; DECHEMA-Haus, Frankfurt am Main;
0710.10.	Security 2008: Messe für Sicherheit und Brandschutz; Essen; http://www.security-messe.de	1417.04.	www.dechema.de/kolloquien  Austria Fourth European Combustion Meeting ECM 2009; Wien; Österreich;
0910.10.	Learning from Accidents EPSC Conference; Antwerpen, Niederlande; http://www.epsc.org	1115.05.	www.ecm2009.at  ACHEMA 2009; Frankfurt am Main; http://www.achema.de
31.1006.11.	ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition: Combustion, Fire and Reacting Flow; Boston MA, USA; http://www.asmeconferences.org/Congress08		
0307.11.	Nanosafe 2008; Minatec, Frankreich; http://www.nanosafe2008.org		
0607.11.	9. Köthener Fachtagung "Anlagen-, Arbeits- und Umweltsicherheit"; Köthen; http://www.hs-anhalt.de/fachtagungen		

# Weiterbildungskurse 2008:

22.-23.10. Grundlagen und rechtliche Anforderungen des Explosionsschutzes

Veranstaltet von der DECHEMA e.V. in Zusammenarbeit mit der BAM und der PTB in Frankfurt am Main

11.-12.11. Probabilistik bei PLT-

Schutzeinrichtungen / Pragmatische We-

ge zur quantitativen

Sicherheitsbetrachtung (SIL)\*

Veranstaltet vom Karl-Winnacker-Institut der DECHEMA e.V. in Frankfurt am Main

24.-25.11. Druckentlastung und Rückhaltung von

gefährlichen Stoffen\*

Veranstaltet von der TU Hamburg-Harburg am Karl-Winnacker-Institut der DECHEMA e.V. in Frankfurt am Main

26.11. Stoff- und Energiefreisetzungen in der Sicherheitstechnik

Veranstaltet von der DECHEMA e.V. und der TU Essen-Duisburg in Frankfurt am Main

\* Anerkannt als Weiterbildungsmaßnahme für Immissionsschutz- und/oder Störfallbeauftragte im Sinne der 5. BImSchV

# Weitere Informationen und Ansprechpartner:

Das Karl-Winnacker-Institut der DECHEMA e.V. bietet eine Vielzahl an Weiterbildungskursen auf den Gebieten Biotechnologie, Elektrochemie, Korrosion und Korrosionsschutz, Mess-, Steuer- und Regelungstechnik, Sicherheitstechnik sowie Verfahrensund Reaktionstechnik an. Eine Übersicht über das komplette Weiterbildungsprogramm finden Sie hier http://kwi.dechema.de/kurse

Für weiterführende Informationen zu Kursveranstaltungen stehen Ihnen Frau Weber-Heun und Frau Gruß gerne zur Verfügung:

E-Mail: weber-heun@dechema.de

Tel.: +49 69 7564-202 Fax: +49 69 7564-414

E-Mail: gruss@dechema.de Tel.: +49 69 7564-253 Fax: +49 69 7564-414

Die Kurs- und Veranstaltungsinformationen finden Sie auch im Internet über die Homepage der DECHEMA:

- http://dechema.de, Button "Veranstaltungen"
- http://www.processnet.org/SIT (Internetportal Sicherheitstechnik)

# Herausgeber:

**DECHEMA** 

Gesellschaft für Chemische Technik und

Biotechnologie e.V. Theodor-Heuss-Allee 25

D-60486 Frankfurt am Main

Telefon: (069) 7564-0 Telefax: (069) 7564-201 E-Mail: info@dechema.de http://www.dechema.de

### Verantwortlich für den Inhalt:

Prof. Dr. N. Pfeil Prof. Dr. G. Kreysa

### Redaktion:

Dr. K. Mitropetros Telefon: (069) 7564-127

E-Mail: mitropetros@dechema.de

# 4CHEMP 2009

29. Internationaler Ausstellungskongreß für Chemische Technik, Umweltschutz und Biotechnologie · Frankfurt am Main · 11.-15. Mai 2009

