

Applikationsbericht

Auszug aus **C3·news** Oktober 2014



Metallseifensynthese im Laborrührautoklaven

BÄRLOCHER



*Dr. Frank Reichwald,
Bärlocher GmbH, Unterschleißheim*
Die Herstellung von Metallseifen erfolgt im produktionstechnischen Maßstab in Druckreaktoren um eine vollständige Umsetzung zu erreichen. Um dies im Labormaßstab simulieren zu können, wurde auf Basis eines Versoclaves von Büchi eine Versuchsanlage konzipiert, die den Anforderungen an ein möglichst produktionsnahes Verfahren genügt. Hierzu wurde neben dem Hauptrührer ein zweiter Rührer diagonal angesetzt, wie aus der Abb.1 ersichtlich.



Abb. 1: Versoclave mit zwei Rührern und den Regeleinheiten

Der zweite Rührer ist mit einer Dissolverzscheibe ausgerüstet (s. Abb. 2). Die Steuerung der elektrischen Mantelheizung, der Kühlung und der beiden Rührer erfolgt computergestützt. Die Temperaturregelung kann sowohl über die Mantel- wie auch die Reaktortemperatur geregelt werden, bevorzugt wird über die Manteltemperatur geregelt und die Reaktortemperatur zur Verfolgung des Reaktionsverlaufs genutzt. Aufgezeichnet werden können u. a. Druck- und Temperaturverläufe. Dank der beschriebenen Ausstattung können reale Produktionsprozesse im

Labormaßstab nachgestellt, überprüft und optimiert werden. Auch die Auswertung neuer Verfahrensweisen wird auf diese Weise möglich.

Im Folgenden wird dies anhand der Umsetzung von technischer Stearinsäure mit Zinkoxid zu Zinkstearat gezeigt. Die Komponenten der Reaktion, technische Stearinsäure, Zinkoxid und Wasser werden in den Reaktor gefüllt. Die Temperaturregulation erfolgt über die Mantelsensoren, während die Innentemperatur zur Reaktionskontrolle aufgezeichnet wird. Aus dem Temperaturverlauf (blaue Kurve) kann in Kombination mit dem Druckverlauf (rote Kurve) exakt die zum Start der Reaktion notwendige Temperatur abgeleitet werden, hier 120°C (siehe Diagramm, Abb. 3). Die Druckverlaufskurve erreicht kurz nach Einsetzen der Reaktion ihr Maximum bei einem Überdruck von 1,4 bar. Hieraus kann direkt die notwendige Auslegung der Produktionsanlage abgeleitet werden. Dabei hängt der Druck, der bei der Umsetzung erreicht wird, allein von der vorhandenen Wassermenge (bei der Reaktion entstehendes sowie zur Katalyse zugesetztes Wasser) ab, wel-

ches aufgrund der Reaktorinnentemperatur als Dampf vorliegt. Nach erfolgter Umsetzung wird das Zinkstearat im Reaktor unter Rühren abgekühlt. Hier kommt der zweite Rührer mit seiner Dissolverzscheibe verstärkt zum Einsatz, damit das Produkt als Pulver vorliegt und nach dem Öffnen des Reaktors schließlich



Abb. 2: Anordnung der Innenelemente

einfach entnommen werden kann. Dadurch ist ein weiterer Vermahlschritt hier nicht mehr notwendig und das Zinkstearat kann direkt auf seine Materialeigenschaften untersucht werden. Wie der Zeitachse im Diagramm (Abb. 3) zu entnehmen ist, erfordert der einzelne Versuch keinen großen Zeitaufwand. So kann mit dem Equipment eine Vielzahl von Parametervariationen im Labor

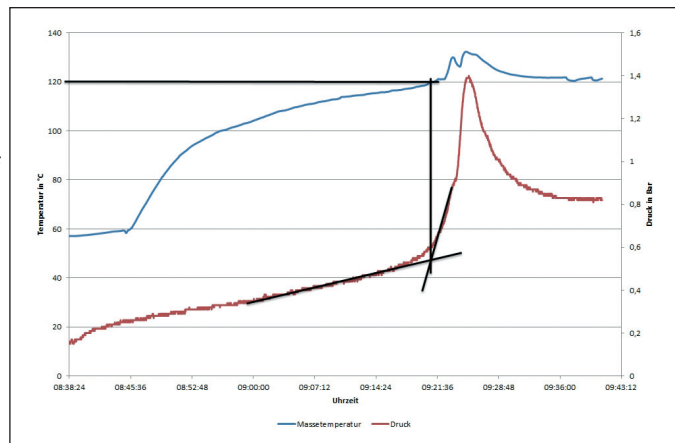


Abb. 3: Temperatur- und Druckverlauf der Reaktion

getestet werden, um ihren Einfluss auf die Produktqualität zu untersuchen.

