

Verfahrenstechnische Entwicklung und Umsetzung einer Lösemittelkondensationsanlage für siliziumhaltige Abluft

Development and implementation of a solvent condensation plant for silicon-containing exhaust air

MBA & Eng., Dipl.-Ing. **H. Hartmann**, M. Eng. **A. Weger**,
R. Scheuchl GmbH, Ortenburg

Kurzfassung

Auf Kundenwunsch entwickelte die R. Scheuchl GmbH eine Lösemittelkondensationsanlage für einen siliziumhaltigen Abluftstrom von ca. $5.000 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$. Anhand von Vorversuchen wurde ein erfolgreiches Scale-up in den industriellen Maßstab mit energieeffizientem Betrieb sichergestellt. Mit dem Konzept kann der vorgeschriebene Grenzwert im Reingasstrom von $50 \text{ mg}_C \text{ m}^{-3}_N$ zuverlässig eingehalten werden.

Abstract

The R. Scheuchl GmbH developed a solvent-condensation plant for silicon-containing exhaust air volume flow of $5,000 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$ upon a customer request. Based on preliminary tests, a successful industrial scale-up regarding to energy-efficient operation mode was ensured. The legal limit value of $50 \text{ mg}_C \text{ m}^{-3}_N$ at clean exhaust air could be reliably realized with the concept.

1. Aufgabenstellung

Im Produktionsprozess einer Beschichtungsanlage fällt ein hochbelasteter lösemittelhaltiger Abluftstrom von ca. $5.000 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$ mit ca. $1,5 \text{ g}_{VOC} \text{ m}^{-3}_N$ an, der gemäß Behördenbescheid auf $50 \text{ mg}_C \text{ m}^{-3}_N$ im Reingas abgereinigt werden muss. Als Lösemittel wird nahezu reines Siliziumöl eingesetzt. Eine thermische Abreinigung ist bekanntermaßen problematisch, da hierbei erhebliche Mengen an Siliziumoxid (SiO_2) entstehen und zu keramikartigen Ablagerungen führen. Da für diese konkrete Aufgabenstellung keine befriedigende Lösung auf dem Markt verfügbar war, wurde der Wunsch an die Firma R. Scheuchl GmbH herangetragen, ein geeignetes Verfahrenskonzept zu entwickeln und umzusetzen. Die R. Scheuchl GmbH besitzt umfassende Erfahrungen in der Prozessluftbehandlung, speziell in der Kondensation von

Alkoholen (Ethanol, Isopropanol) im großtechnischen Umfang sowie der thermischen Abreinigung siliziumhaltiger Verbindungen wie HDMS (Hexamethyldisilazan) in TNV-Anlagen.

2. Lösungsansatz und Verfahrensentwicklung

Zu Beginn des Projekts lagen keinerlei Erfahrungen oder Erfahrungsberichte im Umgang mit dem eingesetzten Lösemittel, Decamethylcyclopentasiloxan (D5), vor. Hierbei handelt es sich um eine zyklische Siloxanverbindung mit der Summenformel ($C_{10}H_{30}O_5Si_5$). Die Molare Masse von D5 beträgt demnach 370 g mol^{-1} , mit einem molaren Kohlenstoffanteil von 120 g mol^{-1} . Zur Erarbeitung der notwendigen Grundlagen wurde im ersten Schritt eine kältetechnische Versuchsanlage aufgebaut, um die Gesamt-C Konzentration (Ges-C) im Reingas in Abhängigkeit von der Temperatur experimentell zu bestimmen.

Hierzu wurde ein Luftvolumenstrom von $90 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$ mit einer D5-Konzentration von $1,5 \text{ g m}^{-3}_N$ in die Versuchsanlage eingedüst und Ges-C im Roh- und Reingas gemessen. Damit konnten die Messwerte auf Plausibilität geprüft werden. Die Messung erfolgte mit einem FID-Gerät (Flammen-Ionisations-Detektor). Bild 1 zeigt die experimentell ermittelte Korrelation zwischen Ges-C im Reingas und Temperatur.

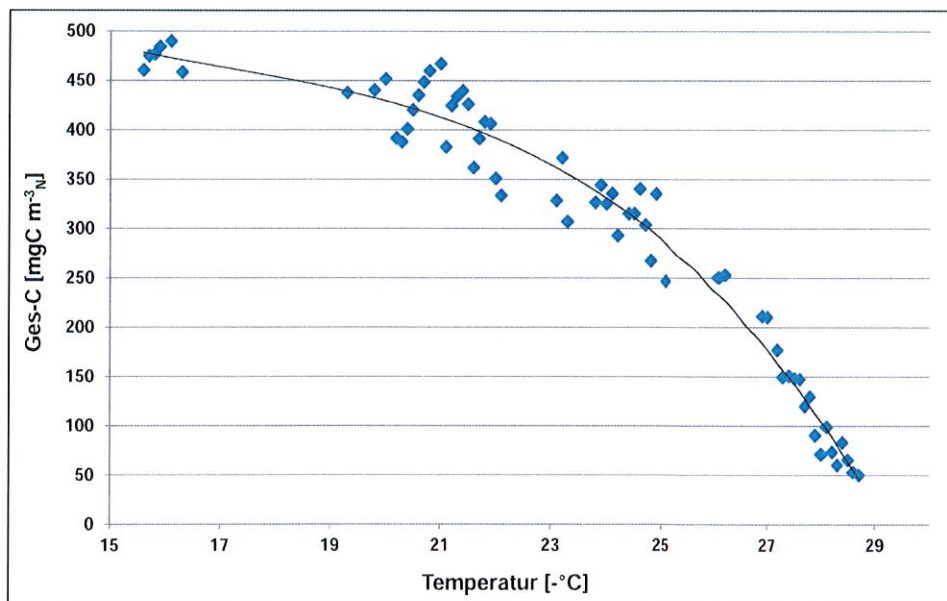


Bild 1: Experimentell ermittelte Korrelation zwischen Temperatur und Gesamt-C Konzentration im Reingas

Es zeigte sich, dass der Grenzwert von $50 \text{ mg}_C \text{ m}^{-3}_N$ im Reingas ab ca. -29 °C erreicht werden kann. Zur sicheren Erfüllung der gesetzlichen Grenzwerte wurde als Temperaturgrenze für die großtechnische Anlage -33 °C festgelegt.

Im zweiten Schritt wurden die Versuche am Produktionsstandort unter realen Bedingungen mit der Pilotanlage wiederholt, um den Einfluss möglicher Störfaktoren zu reduzieren. Auch unter diesen Bedingungen konnte der Konzeptnachweis bei ca. -29 °C erbracht werden. Aufbauend auf den Ergebnissen erfolgte das Detail-Engineering für die großtechnische Umsetzung.

3. Großtechnische Umsetzung (Scale-Up)

Im Zuge des Scale-Up wurden die Anlagenkomponenten auf die zu erwartenden Betriebsbedingungen ausgelegt. Der Fokus lag auf der größtmöglichen verfahrenstechnischen Robustheit bei gleichzeitiger Minimierung des Energieeinsatzes. Durch eine kombinierte Kälterückgewinnung sowie Abwärmenutzung zur zyklischen Abtauung der Tiefkühlreihen konnte der Zielsetzung optimal Rechnung getragen werden. Bild 2 zeigt die großtechnische Kondensationsanlage bei der Vorinbetriebnahme im RS-Produktionswerk in Ortenburg.

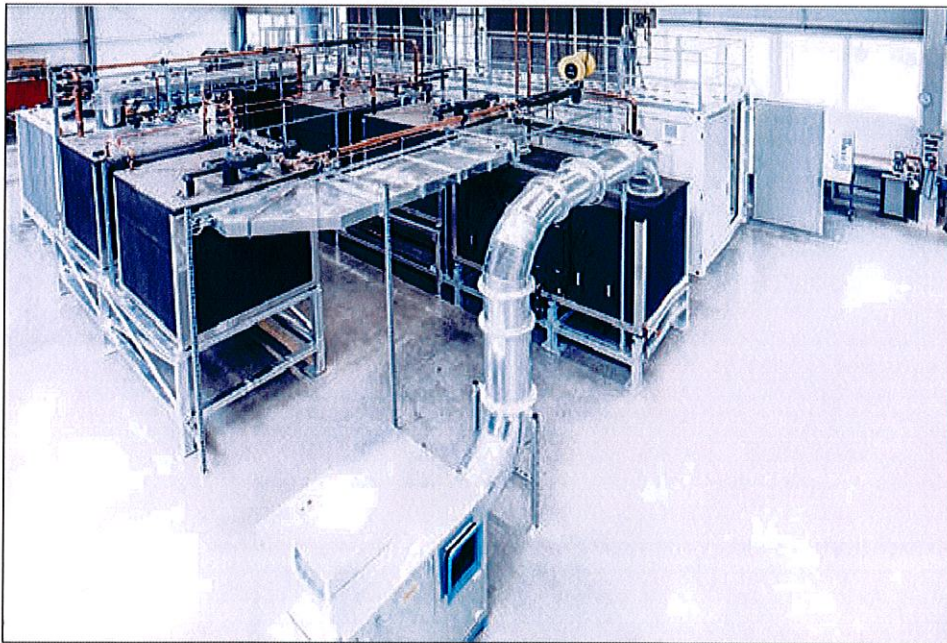


Bild 2: Vorinbetriebnahme der Kondensationsanlage im RS-Produktionswerk Ortenburg

Im Zuge der Inbetriebnahme und Anlagenbegleitung mussten zahlreiche Herausforderungen gemeistert werden, um die Anlage gegen Störeinflüsse robust zu machen. Vor allem musste unter Einhaltung der behördlichen Vorgaben ein belastbares Kriterium zur Beurteilung der Anlagenperformance im laufenden Betrieb mit verfahrenstechnisch bedingt stark schwankenden Tiefkühltemperaturen, insbesondere bei Umschaltvorgängen, definiert werden.

Hier konnte über eine exponentielle Approximation eine sehr gute Korrelation für den Stundenmittelwert der Reingaswerte mit den Stundenmittelwerten der Temperaturen für die einzelnen Tiefkühlreihen ermittelt werden, siehe Bild 3.

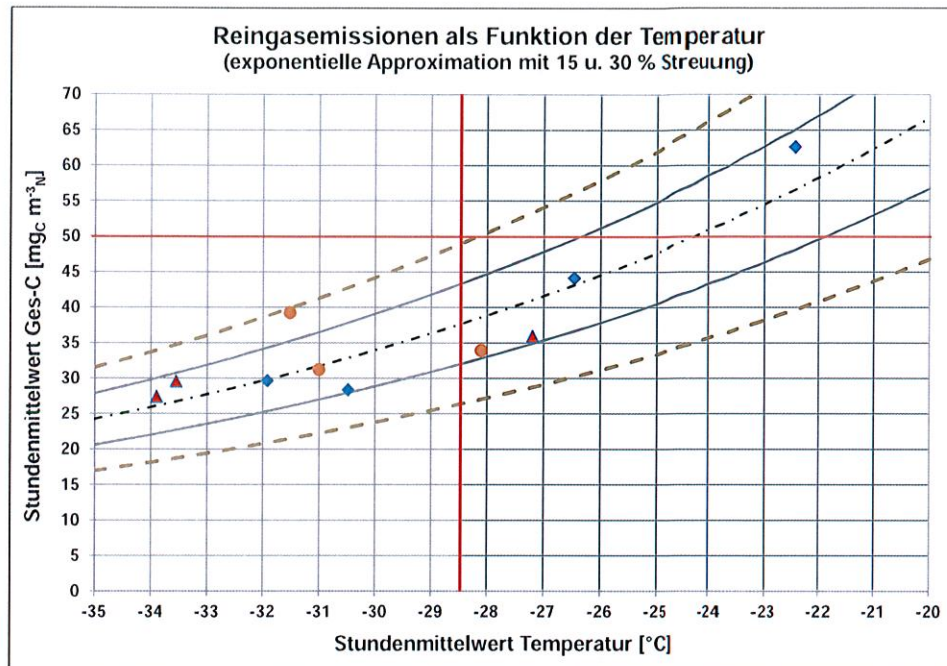


Bild 3: Abhängigkeit Stundenmittelwerte für Ges-C und Temperatur und behördliche Abnahmemessung (orange)

Die FID-Messwerte der redundanten Tiefkühlreihen (blaue und rote Punkte) im Streubereich von $\pm 15\%$ bestätigten die Ergebnisse der Vorversuche. Der Grenzwert von $50 \text{ mg}_C \text{ m}^{-3}_N$ konnte damit unter realen Prozessbedingungen im projektierten Einsatzbereich zuverlässig eingehalten werden. Auch im Zuge der behördlichen Abnahmemessung wurde der Grenzwert für alle Stundenmittelwerte (orange Punkte) im Streubereich von $\pm 30\%$ eingehalten und der Ansatz erfolgreich validiert. Kritisch anzumerken ist hierbei die grundsätzlich schwierige Messung von Ges-C mittels FID speziell für siliziumhaltige Verbindungen wie D5. Dies betrifft nicht nur die Festlegung des Responsefaktors sondern auch die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse mit verschiedenen Messgeräten.

4. Fazit

Mit dem entwickelten Verfahrenskonzept konnte die Abreinigung des siloxanhaltigen Abluftstroms auf den vorgeschriebenen Grenzwert im Reingas von $50 \text{ mg}_C \text{ m}^{-3}_N$ zuverlässig realisiert werden. Aufbauend auf den Vorversuchen wurde ein erfolgreiches Scale-up in den industriellen Maßstab speziell unter dem Aspekt des energieeffizienten Betriebs sichergestellt.

Die Anlage wurde über einen Zeitraum von einem Jahr für den robusten und störungsfreien Betrieb optimiert. Die gewonnenen Erkenntnisse bilden eine solide Basis, um das Wissen über Lösemittelkondensation auf vergleichbare Problemstellungen im Bereich Abluftreinigung zu übertragen und auch in Zukunft erfolgreich kundenoptimale Lösungen zu entwickeln und zu realisieren.