

Fluitec Flow Kalorimeter (FFC)

Fluitec Dokumentation Nr. 11-30014 Rev. 1

Die kontinuierliche Reaktionskalorimetrie findet in einem skalierbaren Plug-Flow-Rohrreaktor mit segmentalem Aufbau statt, um das Hold-up-Volumen zu minimieren.

Warum Flow-Kalorimetrie?

Thermodynamische Daten (z. B. spezifische Reaktionswärme Q_r) sind entscheidend für die Prozessauslegung und die Anlagensicherheit. Bei nicht selektiven Reaktionen kann die gemessene Reaktionswärme stark von der Reaktionsführung abhängen, weshalb die Bestimmung möglichst im gewählten Reaktionssystem (PFR) erfolgen sollte.

Was das FFC liefert

- Axiales Temperaturprofil entlang des Rohrreaktors als Basis für segmentale Wärmebilanzen.
- Spezifische Reaktionswärme (Q_r) und daraus abgeleitete Reaktionsenthalpie.
- Detektion von Hotspots und Worst-Case-Temperaturen durch Flow-Screening bei verschiedenen Durchsätzen.
- Direkte Übertragbarkeit des Temperaturprofils auf den Scale-up (z.B. Fluitec Mischer-Wärmetauscher CSE-XR).

Validiert: In Publikationen wurde das Konzept im Milli-Maßstab im PFR mit 10 axialen Temperaturmessstellen demonstriert und mit Literaturwerten verglichen.



Kernnutzen

Schnellere Entscheidungen in Entwicklung & Scale-up – mit einem Temperaturprofil, das dem realen Rohrreaktorbetrieb entspricht.

Typische Einsatzfälle

- Exotherme Reaktionen (auch sehr schnell)
- Nicht selektive Systeme mit Nebenreaktionen
- Polymerisationen, Nitrierungen, Organometallik
- Sicherheitsbewertung & Prozessdesign

Optionen

- Axial-Sensorik (10 Messstellen) als Standard
- Kombination mit faseroptischer Temperaturmessung (FBG / Rayleigh)
- Inline-Analytik (z.B. FTIR) zur Umsatz-Bestimmung

Referenzen: Fluitec Dokumentation Nr. 11-30013; Moser et al., Journal of Flow Chemistry (2021); Steinemann et al., Journal of Flow Chemistry (2022).

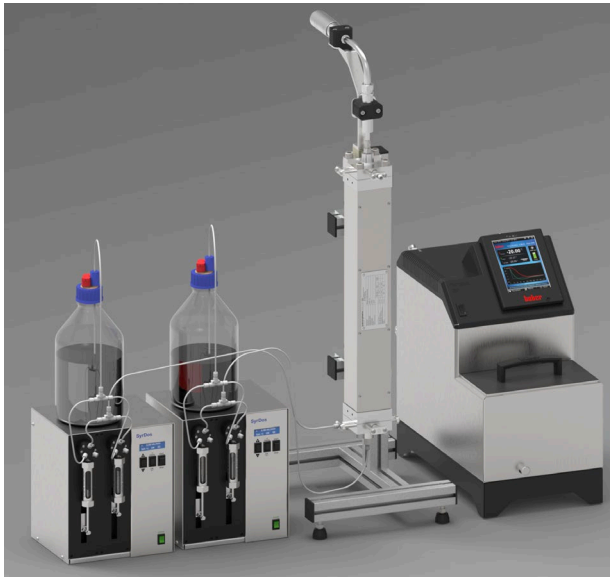
Neues modulares Design: 3 bis 7 Segmente für minimales Volumen

Statt des bisherigen 500-mm-Aufbaus besteht das kontinuierliche Fluitec Flow Kalorimeter FFC nun aus bis zu sieben Segmenten. Dadurch lassen sich Segmentzahl und Messstrecke an die Reaktionsgeschwindigkeit, die Sicherheitsanforderungen und die gewünschte Datendichte anpassen.

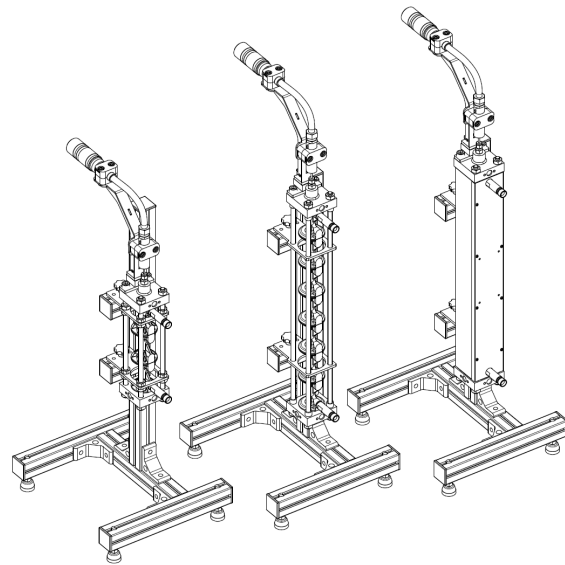
Vorteile für Entwicklung & Betrieb

- Reaktor-Volumen minimieren: für geringeren Chemikalienbedarf, geringerer Energiebedarf, schnellere Spül- und Umstellzeiten.
- Reaktionslänge skalieren: Segmentanzahl passend zu Kinetik, Wärmefreisetzung und benötigter Verweilzeit.
- Service & Upgrade: Segmente können einzeln getauscht oder umkonfiguriert werden.
- Mess- und Analysestelle sind vorhanden: Der Einbau von zusätzlicher Sensorik kann sehr schnell realisiert werden. Das Gleiche gilt für Probenahme sowie für die Inline-Analytik.

Die bewährte PFR-Geometrie mit Doppelmantel und statischen Mixern bleibt erhalten – das Design wird jedoch deutlich flexibler.



Beispiel: Fluitec-Kalorimeter FFC für sehr kleine Durchflüsse und Drücke bis 60 bar (250°C)



Beispiel: unterschiedliche FFC-Konfigurationen im modularen Aufbau.

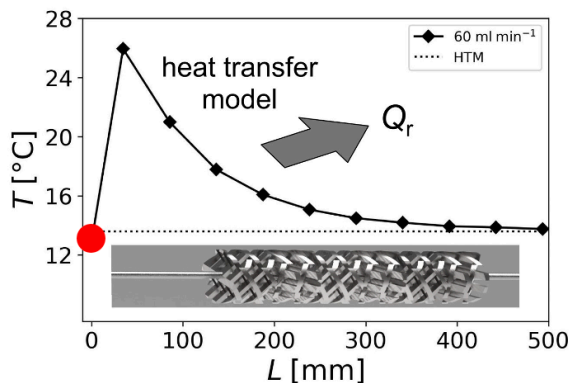
Volumina (Beispiele)

| Konfiguration | Reaktorvolumen |
|-----------------------|------------------|
| Kalorimeter Typ 2 | 46 ml (Standard) |
| Kalorimeter Typ 6 | 17 ml (Standard) |
| Kalorimeter (modular) | 12 ml (Typ 785) |
| Kalorimeter (modular) | 8.3 ml (Typ 587) |
| Kalorimeter (modular) | 7.2 ml (Typ 783) |
| Kalorimeter (modular) | 5.9 ml (Typ 585) |
| Kalorimeter (modular) | 3.6 ml (Typ 583) |

Volumenbereich: 46 ml bis 3.6 ml – ideal, um das chemische Substrat zu reduzieren und gleichzeitig die Messstrecke an die Kinetik anzupassen.

Hinweis: Das bisherige 500-mm-Design ist in Publikationen beschrieben; das neue Konzept setzt auf segmentalen Aufbau für maximale Flexibilität.

Sensorik: 10 Messstellen vs. Faseroptik



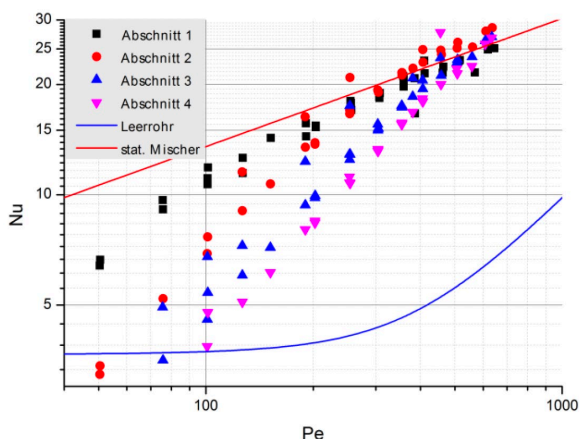
Messkonzept: axiale Temperaturmessung im Zentrum der statischen Mischer.

Faseroptische Temperaturmessung

Optional kann das FFC mit faseroptischer Temperaturmesstechnik ausgerüstet werden: diskrete Messstellen (FBG) oder sehr fein verteilte Messpunkte (Rayleigh-Streuung).

- Hohe Ortsauflösung für die Detektion von Hotspots und die Analyse von Wärmeübertragungen.
- Messung mit Licht statt Strom: geringere Beeinflussung durch elektromagnetische Einflüsse.
- Hohe Datendichte zur robusten Auswertung sementaler Wärmebilanzen.

| Kriterium | Axial (10x Thermoelement) | FBG (Faser-Bragg-Gitter) | Rayleigh Streuung (verteilte Faseroptik) |
|---|--|---|---|
| Messstellen / Ortsauflösung | 10 Messstellen entlang des PFR. Auflösung über Segmentlänge und Durchsatz-Scanning erhöhbar. | Typisch bis 12 Messstellen pro Sensorstrang (diskret). | Praktisch beliebig viele Messstellen; Abstände um ca. 1 mm möglich. |
| Einbau & Einfluss auf Strömung | Axial im Zentrum – geringer Einfluss auf die Strömung; robuste Laborintegration. | Axialer Einbau möglich; geringer Installationsaufwand. | Axialer Einbau möglich; sehr dichte Messpunktverteilung für detaillierte Profile. |
| EMV / Ex | Elektrische Sensorik; Ex-Design abhängig vom Gesamtsystem. | Licht statt Strom: weniger EMV-Störungen; gut für Ex-Atmosphären geeignet (je nach System). | Wie Faseroptik; zusätzliche Sicherheit durch sehr hohe Messpunktzahl. |
| Kostenbild (Richtwerte 2012/2013) | Gering bis mittel ca. 5500.- Euro (Standard-Industriesensorik) | Sensor ca. 4.000 EUR; Interrogator ca. 25.000 EUR. | Sensor wenige 100 EUR; Interrogator ca. 50.000 EUR. |



Nu-Pe Diagramm: segmentweise Auswertung (faseroptische Messung).

Diagramm erklärt

Es handelt sich um eine faseroptische Messung, mit der ein Streubereich erfasst wird. Mithilfe der Fluitec-Software werden die Daten in Realwerte umgerechnet, was die Erfassung präziser Wärmeübergänge ermöglicht.

Bei kleinen Pe-Zahlen steigt die Streubreite, da die zugrunde liegenden Temperaturdifferenzen zwischen Kalorimeter Eingang und Messpunkt sehr klein werden.

Neu: Reaktionsenthalpie über HTM-Wärmebilanz

Reaktionsenthalpie über das Wärmeträgermedium (HTM)-Wärmebilanz

Neu kann die Reaktionsenthalpie auch über die HTM-Wärmebilanz erfolgen.

Die Genauigkeit der ermittelten Reaktionsenthalpie über die HTM-Wärmebilanz hängt maßgeblich von der sich einstellenden Temperaturdifferenz des Wärmeträgermediums ab. Für eine belastbare Bestimmung ist eine Differenz von mindestens 2 K erforderlich. Dies stellt dabei die absolute Untergrenze dar.

Schneller Workflow

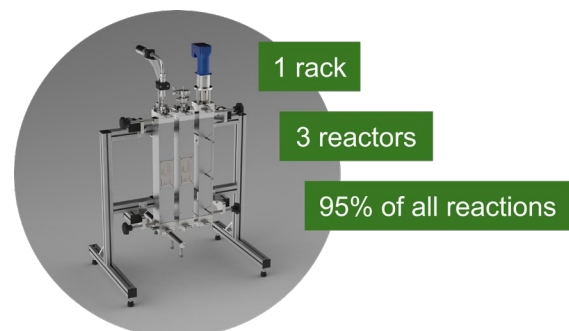
- 1. Setup: Flüssigkeiten temperieren und in den PFR einspeisen; HTM-Temperatur und -Durchfluss erfassen.
- 2. Temperaturprofil: Axiale Messung (Standard: 10 Messstellen).
- 3. Wärmebilanz: Segmentale Auswertung liefert Q_r und Hotspot-Lage.
- 4. Wärmebilanz HTM: Eine Kontrolle von Q_r wird dadurch ermöglicht.
- 5. Screening: Durchsatz/Verweilzeit variieren, um Worst-Case-Temperaturen sicher zu erfassen.
- 6. Scale-up: Temperaturprofil als Designgrundlage für den CSE-XR Mischer-Wärmetauscher oder für den Rohrreaktoren.

Optional: Inline-Analytik (z.B. FTIR) für Umsatz und gleichzeitige Bestimmung von Mischungs- und Reaktionsenthalpie.

Contiplant ist zudem erweiterbar. Mit den neuen Modulen können Aufgaben aus den Bereichen Flüssig-Flüssig, Flüssig-Gas, Fest-Flüssig und Fest-Flüssig-Gas bewältigt werden. Das bietet zusätzliche Flexibilität.

Empfehlung in der Praxis

- Axial (10 Messstellen): Standard für die meisten Entwicklungs- und Scale-up-Fragestellungen.
- Auflösung erhöhen: Messungen bei verschiedenen Durchsätzen erhöhen die Profilauflösung – der Temperaturpeak lässt sich gezielt auf eine Messstelle legen.
- Faseroptik: Bei der Faseroptik handelt es sich um ein System, das eine maximale Ortsauflösung bietet. Für schnelle Reaktionen befindet sich der Peak dabei direkt am Eintritt in den Reaktor. Das ist ein klarer Vorteil für extrem schnelle Reaktionssysteme.
- Modularität nutzen: Die Sensorik kann je nach Segmentzahl und Aufgabe gewählt bzw. nachgerüstet werden.



Nächste Schritte (typisch)

- Auswahl der Segmentzahl nach Kinetik/Inventar und Definition der Messstrategie (axial vs. faseroptik).
- Flow-Screening über Durchsatz/Verweilzeit zur sicheren Hotspot- und Q_r -Ermittlung (Worst Case).
- Datenpaket für Scale-up: Temperaturprofil, Wärmebilanzen und Reaktionsenthalpie (inkl. HTM-Wärmebilanz, wenn $\Delta T(\text{HTM}) \geq 2 \text{ K}$).