

Einfluss des additiven Fertigungsverfahrens auf die Gestalt einer Mikrorektifikationsapparatur

Fabian Grinschek^{1,*}, Sören Dübal¹, Christoph Klahn² und Roland Dittmeyer¹

DOI: 10.1002/cite.202200011

 This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivs License, which permits use and distribution in any medium, provided the original work is properly cited, the use is non-commercial and no modifications or adaptations are made.

Die additive Fertigung eröffnet auch in der Verfahrenstechnik neue Möglichkeiten. In der Entwicklung kompakter Rektifikationsapparate sind Vorteile für die Herstellung ebenso wie für die Trennleistung denkbar. Der Designprozess für kompakte, fertigungsgerechte Mikrorektifikationsapparate für zwei Metall-3D-Druck-Verfahren wird gezeigt: Binder-Jetting (BJT/M) und pulverbettbasiertes Schmelzen von Metallen mittels Laser (PBF-LB/M). Restriktionen der Verfahren, z. B. in Bezug auf Überhänge und die Entpulverungs- und Sinterschritte, werden erklärt. Die erste Charakterisierung der gedruckten Teile zeigt, dass die Entwürfe vielversprechend sind.

Schlagwörter: Additive Fertigung, Design for Additive Manufacturing, Binder-Jetting, Mikrodestillation, Pulverbettbasiertes Schmelzen von Metallen mittels Laser

Eingegangen: 02. Februar 2022; *revidiert:* 8. März 2022; *akzeptiert:* 04. April 2022

Influence of the Additive Manufacturing System on the Design of a Microrectification Apparatus

Additive manufacturing enables new possibilities in process engineering. In the development of compact devices for rectification, this results in potential advantages both for the manufacturing and the separation performance. Here the design process for a compact, manufacturing-grade (micro)rectification apparatus is shown by comparing two metal 3D printing processes: binder jetting on metals and powder bed fusion of metals using a laser-based system. The restrictions will be explained, e.g., the design of overhangs or the depowdering and sintering steps. The initial characterization of the devices shows that the designs are promising.

Keywords: Additive manufacturing, Design for additive manufacturing, Binder jetting, Microdistillation, Powder bed fusion using a laser-based system

1 Einleitung

Die Rektifikation ist eine Standardtechnologie in der chemischen Verfahrenstechnik, die Wissenschaft und Technologie hinter diesem Grundverfahren kann ohne Vorbehalte als ausgereift bezeichnet werden. Das Ziel, Rektifikationskolonnen weiter zu verbessern, ist jedoch ungebrochen, auch mithilfe des 3D-Drucks [1–5]. Insbesondere besteht in der Mikroverfahrenstechnik ein wachsender Bedarf an kleinen, flexibel anpassbaren Apparaten für modulare Anlagen [6, 7]. Von Mardani et al. wurde zum ersten Mal eine komplett gedruckte schraubenförmige Destillationskolonne aus Kunststoff vorgestellt [8]. Es zeigten sich in Gestalt von Fouling und mangelnder Beständigkeit der Kunststoffe allerdings Hürden in der Anwendung. Grundsätzlich ergibt die helixförmige Führung der Strömung im Vergleich zu der rein vertikalen Ausrichtung der Strömung einige Vorteile, vor allem für kleine Einheiten, die in Prozesscontainern ein-

gesetzt werden können. Die nötige Bauhöhe für eine vergleichbare Flüssigkeitsfilmlänge wird durch die Aufwicklung erheblich geringer. Darüber hinaus wird der Einfluss der Gravitation auf die Strömung reduziert und bewegt sich, je nach Steigung des Kanals, in Richtung der horizontalen Destillation. Die Zentrifugalkraft führt zudem noch zur

¹Fabian Grinschek, Sören Dübal,
Prof. Dr.-Ing. habil. Roland Dittmeyer
fabian.grinschek@kit.edu

Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Institut für Mikroverfahrenstechnik (IMVT), Hermann-von-Helmholtz-Platz 1, 76344 Eggenstein-Leopoldshafen, Deutschland.

²Prof. Dr.-Ing. Christoph Klahn
Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Institute für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik (MVM), Hermann-von-Helmholtz-Platz 1, 76344 Eggenstein-Leopoldshafen, Deutschland.

Ausbildung von Sekundärströmungen [9,10]. Eine Literaturstudie zeigte, dass diese grundsätzlichen Ideen schon früh für Labordestillationsapparaturen beschrieben worden sind. So wurde die Anwendung von spiralförmigen Packungen schon im Jahr 1941 von Podbielniak vorgeschlagen [11]. Für die Anwendung in der Vakuumdestillation zeigten Morton et al. im Jahre 1964 gute Ergebnisse [9,10]. Im Handbuch der Labordestillation von Krell aus dem Jahr 1976 sind weitere helixförmige Packungen für die Labordestillation beschrieben [12]. Die Fertigung war damals aber noch sehr aufwendig. Die prohibitiven Herstellungskosten wurden schon früh moniert [13,14]. Durch die Fortschritte in der additiven Fertigung sind nun die fertigungstechnischen Möglichkeiten im Vergleich zu damals deutlich erweitert worden. Insbesondere durch den Metall-3D-Druck kann auch das Problem der mangelnden chemischen Beständigkeit, wie bei Mardani et al., gelöst werden. Dies lässt die Entwicklung einer (Mikrodestillation-)Kolonne basierend auf dem Konzept einer helixförmigen Strömungsführung vielversprechend erscheinen. Dieses Konzept wird derzeit am Institut für Mikroverfahrenstechnik intensiv untersucht und steht daher im Mittelpunkt dieses Forschungsbeitrags, der die Entwicklung eines fertigungsgerechten Apparatedesigns für zwei typische Metalldruckverfahren, nämlich Metal-Binder-Jetting (BJT/M) und dem pulverbettbasierten Schmelzen von Metallen mittels Laser (PBF-LB/M) erläutert. Zugleich wird auch auf die grundsätzliche Anwendbarkeit der Verfahren für die Apparatefertigung in der Verfahrenstechnik eingegangen. Abschließend werden die ersten experimentellen Ergebnisse zur Charakterisierung der gedruckten Apparate dargestellt.

2 Konstruktion des Mikrodestillationsapparates

Die fertigungsgerechte Entwicklung setzt die Kenntnis der verwendeten Fertigungsverfahren mit ihren Möglichkeiten und Randbedingungen voraus. Daher wird im Folgenden kurz auf die zwei verwendeten additiven Fertigungsverfahren eingegangen und deren Restriktionen werden vorgestellt, bevor die Umsetzung in ein Design für einen Mikrodestillationsapparat mit helixförmigen Kanälen beschrieben wird.

2.1 Pulverbettbasiertes Schmelzen von Metallen mittels Laser

Das grundsätzliche Vorgehen bei allen pulverbettbasierten Verfahren ist ähnlich und soll hier beispielhaft am pulverbettbasierten Schmelzen von Metallen mittels Laser (*powder bed fusion of metals using a laser based system*, kurz PBF-LB/M nach DIN EN ISO/ASTM 52900 [15]), u. a. auch Laser-Powder-Bed-Fusion (LPBF) oder

Selective Laser Melting (SLM) genannt, erklärt werden [16–18]. Das CAD-Modell des Bauteils wird dazu in einer Slicing-Software in einzelne Schichten zerlegt und daraus die Laserbahnvektoren berechnet. Diese Laserbahnvektoren werden nun dem 3D-Drucker für die additive Fertigung des Bauteils übergeben. Der Beschichter trägt zuerst eine Pulverschicht im Bereich von einigen μm , typischerweise $50\ \mu\text{m}$, auf die Bauplattform auf. Ein Laserstrahl schmilzt die Pulverschicht entsprechend den Bahnvektoren auf (vgl. auch Abb. 1). Die Laserparameter müssen so gewählt werden, dass es zu einem durchgehenden Aufschmelzen der gewünschten Bereiche und Verbindung mit der darunterliegenden Schicht kommt. Nachfolgend wird die Bauplattform abgesenkt, bevor der Zyklus mit dem Auftragen der nächsten Pulverschicht neu beginnt. Diese Schritte werden so oft wiederholt, bis die gewünschte Bauteilhöhe erreicht ist. Das PBF-LB/M-Verfahren erreicht relative Bauteildichten von bis zu 99,9 % bei Edelstahl [19]. Nach dem Prozess wird das lose Pulver entfernt und das Werkstück mechanisch von der Bauplatte getrennt. Eventuell für den Bauprozess notwendige Stützstrukturen müssen abschließend durch konventionelle Verfahren (z. B. Drehen, Fräßen oder Erodieren) entfernt werden, je nach Anforderung an die Bauteilgüte erfolgen noch weitere Nachbearbeitungsschritte, z. B. Sandstrahlen zur Verbesserung der Oberflächengüte.

2.1.1 Designrestriktionen des PBF-LB/M-Verfahrens

Wie auch bei allen anderen Fertigungsverfahren gibt es einige Restriktionen zu beachten. Der Aufschmelzvorgang durch den Laser ist ein komplexer Vorgang, der durch verschiedene (werkstoffabhängige) Effekte die Maßhaltigkeit und die Oberflächengüte der gedruckten Teile beeinflusst. Durch den Laser wird in einem eng begrenzten Bereich eine hohe Energiemenge eingebracht. Diese führt zu hohen Temperaturgradienten, da die Wärmeabfuhr im Verhältnis zur Zufuhr deutlich geringer ist. Die Gradienten können zu Eigenspannungen im Bauteil führen, die wiederum zu Formabweichungen bis hin zu Rissen oder gar der Ablö-

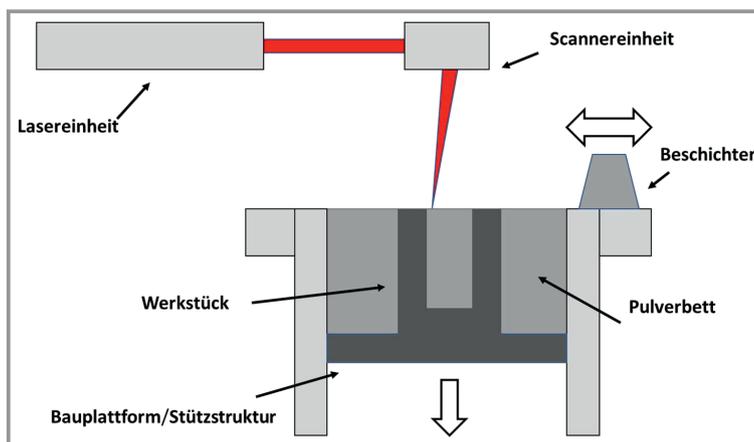


Abbildung 1. Grundsätzlicher Aufbau eines 3D-Druckers nach dem PBF-LB/M-Verfahren.

sung des Bauteils von der Bauplatte führen können. Mit zunehmendem Energieeintrag nehmen die Effekte zu. Andererseits wird eine gewisse Laserleistung benötigt, um eine durchgehende Schmelzraupe zu erhalten. [16, 18, 19]

Beim PBF-LB/M-Prozess sind aus jenem Grund insbesondere Überhänge kritisch. Überhang bedeutet dabei, dass Bereiche belichtet werden, die nicht mit bereits verfestigtem Metall unterlegt sind. Durch die höhere Absorption des Pulvers im Vergleich zum bereits aufgeschmolzenen Metall ist die Energieaufnahme bei Überhängen erheblich größer. Gleichzeitig ist die Wärmeleitfähigkeit des Pulvers wesentlich geringer als die von massivem Material. Diese Bereiche werden daher erheblich heißer, es wird also mehr Pulver aufgeschmolzen und die Schmelze verbindet sich mit den umliegenden Pulverpartikeln. Dadurch kommt es zur Bildung einer schlechteren Oberflächengüte bis hin zum Versagen des Bauteils an solchen Stellen [18, 20]. Alles in allem führt dies dazu, dass je nach Werkstoff, Laserparametern, Belichtungsstrategie und verwendetem System grundsätzlich keine ungestützten Überhänge mit einem Winkel zur Horizontalen von kleiner als 45° – 60° mit Edelstahl (1.4404) gedruckt werden sollten [16, 18].

Werden solche Geometrien benötigt, sind Stützstrukturen beim Drucken notwendig. Diese sorgen zum einen für eine bessere Wärmeabfuhr aus dem Bauteil, zum anderen stützen sie das Teil mechanisch und nehmen Eigenspannungen auf. Das ganze Bauteil sollte dann vor dem Entfernen der Stützen spannungsarm gegläht werden [18]. Insgesamt sorgen die Stützstrukturen für einen deutlichen Mehraufwand in der Nachbearbeitung. Daneben können solche Strukturen aus innen liegenden Kanälen gar nicht oder nur sehr schwer wieder entfernt werden. Diese verbleiben demnach eventuell im Bauteil, wo sie sich wiederum nachteilig auf Verstopfungsanfälligkeit auswirken und den Druckverlust erhöhen können. In der Verfahrenstechnik sollte folglich durch eine fertigungsgerechte Konstruktion die Notwendigkeit von Stützstrukturen vermieden werden.

2.1.2 Konstruktion eines Mikrodestillationsapparates mit helixförmigen Kanälen für das PBF-LB/M-Verfahren

Grundsätzlich können mit dem PBF-LB/M-Verfahren, wie im vorherigen Abschnitt dargelegt, keine beliebigen Überhänge gefertigt werden. Daher sind einfache spiralförmige Kanäle, wie in Abb. 2a dargestellt, nur mit Stützstrukturen zu fertigen. Da es nur sehr schwer bzw. nicht möglich ist, diese zu entfernen, muss das Design entsprechend angepasst werden. Löst man sich von der Anforderung eines streng in eine Richtung aufsteigenden Kanals und verkippt stattdessen die

Schraubenlinie (Abb. 2b), kann ein fertigungsgerechtes Design erhalten werden. Zu beachten ist dabei, dass durch die Verkipfung aus dem runden ein elliptischer Querschnitt resultiert (vgl. auch Abb. 3b) und die Apparate gegenüber der Vertikalen geneigt eingebaut werden müssen (Abb. 2c). Die Seitenwände des Kanals dienen dann gleichzeitig als Unterstützung für den darüberliegenden Kanal im Druckprozess. Des Weiteren gilt es nicht nur auf das zentrale funktionelle Element – hier der spiralförmige Kanal – zu achten, sondern auch die notwendigen Anschlüsse fertigungsgerecht zu entwerfen. Bei der Konstruktion wurde daher darauf geachtet, die notwendigen Nachbearbeitungsschritte zu reduzieren.

Für die Anschlüsse des Apparates wurden M5-Gewinde gewählt, auf die Einschraubsteckkupplungen montiert werden. Diese sind im Vergleich zu anderen kommerziell erhältlichen Anschlussoptionen (z. B. NPT-Gewinde) kompakt und erlauben einen schnellen Ein- und Ausbau. Auf der Unterseite muss der Apparat für die Wärmeableitung im PBF-LB/M-Prozess mit der Bauplatte verbunden werden, folglich wurden dort auch die Anschlüsse positioniert, so dass alle Nachbearbeitungsschritte in einer Ebene ausgeführt werden können. Die Nachbearbeitungsschritte erfolgen auf einer Fräsmaschine, was die Notwendigkeit zur Einspannung in einem Maschinenschraubstock erfordert. Hierzu wurde eine umlaufende 25 mm hohe Wand konstruiert. Um den Wärmeverlust durch Wärmeleitung nach außen in dieser Wand zu verringern, wurde sie möglichst weit entfernt von der eigentlichen dünnwandigen Struktur positioniert. Gleichzeitig galt es den Bauraum auf der Bauplatte maximal auszunutzen. Die äußeren Abmaße wurden daher so gewählt, dass es möglich ist, bis zu vier Apparate auf einer Bauplatte zu positionieren. Dies ermöglicht eine effiziente Herstellung von vier Apparaten in ca. 20–72 h, abhängig von der Bauhöhe, mit dem genutzten PBF-LB/M-System. Aus jenen Überlegungen wurde ein Apparatedesign entwickelt, das anhand eines CAD-Modells und der Zeichnung einer Variante in Abb. 3 dargestellt wird. Das parametrische CAD-Modell ermöglicht eine schnelle Anpassung der Geometrie. In Tab. 1 sind die entsprechenden Parameter verzeichnet. Über die Anschlüsse A wird der Dampf in die

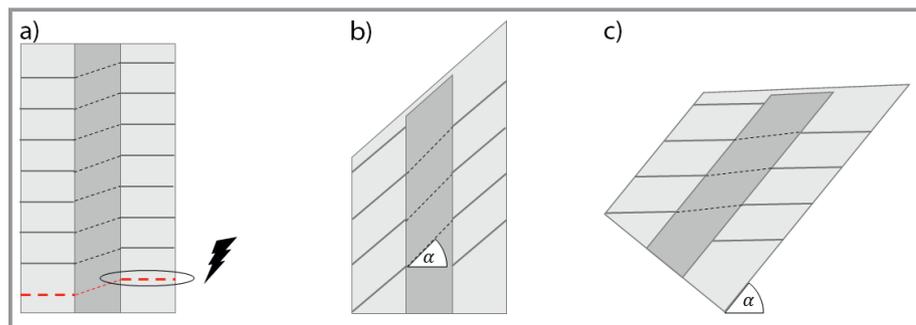


Abbildung 2. Grundsätzliches Vorgehen zur Fertigung von spiralförmigen Kanälen mit geringer Höhe mit dem PBF-LB/M-Verfahren. a) Bei senkrechtem Aufbau der spiralförmigen Kanäle sind Stützstrukturen für die Kanalwände (gestrichelt) notwendig. b) Durch die Verkipfung der Kanäle werden die Überhänge steiler. c) Für den Betrieb wird dadurch eine Verkipfung des Apparates notwendig.

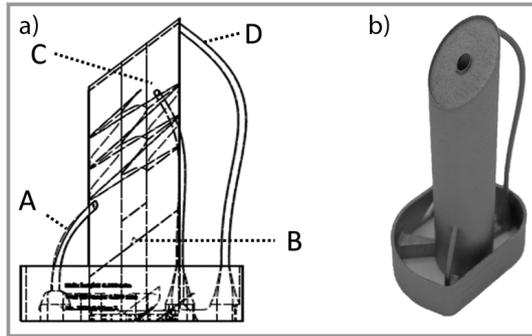


Abbildung 3. a) Zeichnung eines Apparates mit drei Spiraalgängen. Deutlich ist die Verkippung der Windungen im Inneren zu erkennen. A bezeichnet den Dampfeinlass, B den Kondensatsauslass, C den Kondensateinlass und D den Dampfauslass. b) Foto des gefertigten Apparates.

Tabelle 1. Auswahl an Parametern des CAD-Modells. Diese sind in einer Excel-Datei hinterlegt, so dass das Design schnell und ohne weitergehende CAD-Kenntnisse angepasst werden kann.

Parameter	Typischer Wert
Wandstärke [mm]	0,18
Außenradius [mm]	12,5
Innenradius [mm]	2,5
Kanalhöhe [mm]	5
Anzahl der Windungen [-]	4–8
Winkel [°]	45

Kolonnen eingeleitet. Er strömt über die Wendel zu Anschluss D. Sein Kondensat kommt über Position C zurück in den Apparat und verlässt diesen über den Anschluss B.

2.2 Binder-Jetting

Binder-Jetting auf Metalle (deutsch: Freistrah-Bindemittelauftrag, BJT/M nach DIN EN ISO/ASTM 52900 [15]) ist wie das PBF-LB/M-Verfahren ein pulverbettbasiertes Verfahren. Dabei wird das Pulver ähnlich diesem in dünnen Schichten aufgebracht, aber nicht aufgeschmolzen, sondern nur mit einem Bindemittel verbunden [21]. Dies ermöglicht es, nahezu alle Materialien zu drucken. So können beispielsweise Kunststoffe und auch keramische Stoffe wie z. B. Sand für Gussformen gedruckt werden [22]. Der Druck des Binders erfolgt im sogenannten Tintenstrahl-Verfahren (Ink-Jet), das auch im Papierdruck verwendet wird. Die Aufbauraten sind höher als bei vergleichbaren PBF-LB/M-Systemen, da der Druckkopf aus mehreren Düsen besteht und so schneller gedruckt werden kann [23]. Durch das Pulverbett werden die Grünkörper ausreichend stabilisiert und es kann direkt ohne Anbindung an die Bauplatzform in das Pulver gedruckt werden, da der Prozess ohne Wärmeeintrag erfolgt. Dies erlaubt auch eine dichtere Packung der Bauteile.

Durch diese Vorteile eignet sich das Verfahren mehr als der PBF-LB/M-Prozess für Kleinserien [18, 21, 23]. Nach dem Druck wird der Binder mit der gesamten Baukammer in einem Ofen ausgehärtet. Im nächsten Schritt muss das überschüssige Pulver entfernt werden. Abschließend werden die noch fragilen Grünkörper entbindert und gesintert. Die Bauteile schrumpfen beim Sintern von einer relativen Grünteildichte von typischerweise etwa 53–57 % und erreichen eine relative Bauteildichte von bis zu 97 % (Edelstahl 1.4404) [24]. Die erreichten Oberflächengüten sind besser aufgrund der geringeren Pulvergröße im Vergleich zum PBF-LB/M-Prozess [21, 25].

2.2.1 Restriktionen

Auch der BJT/M-Prozess hat einige Restriktionen, insbesondere die Entpulverung im Grünzustand und den Sinterprozess. Durch den anhaftenden Binder und die geringe Partikelgröße ist das Pulver nur wenig fließfähig. Es muss vor dem Sintern restlos entfernt werden, da es sich sonst dauerhaft mit dem Bauteil verbindet. Da die Festigkeit des Grünkörpers erheblich geringer ist, werden von den Maschinenherstellern Wandstärken von mindestens 350 μm [25] bzw. 1 mm [22] empfohlen, um einen Bruch zu vermeiden. Die Entpulverung ist zwar auch beim PBF-LB/M-Prozess ein mitunter kritischer Schritt, jedoch kann das Pulver nach dem Binder-Jetting aus dem noch fragilen Grünkörper z. B. nicht durch Spülprozesse mit Flüssigkeiten ausgetragen werden. Das Entpulvern erfolgt daher aktuell manuell mittels einer Druckluftdüse und Pinseln. Erste Automatisierungslösungen wurden von Herstellern vorgestellt [26]. Die für die Verfahrenstechnik oft notwendigen innen liegenden Kanäle stellen hier eine besondere Herausforderung dar.

Beim Sintern kommt es zu einer deutlichen Volumenabnahme der Teile. Dadurch ist die Gewährleistung der Formtreue herausfordernd. Durch Richtwerte kann die Formänderung abgeschätzt und iterativ an die Geometrie angepasst werden. Bei hohen Anforderungen an die Maßhaltigkeit müssen die Teile aber mit Übermaßen produziert werden, um mit konventionellen Nachbearbeitungsschritten die Maßhaltigkeit zu gewährleisten [21]. Weiterhin müssen Verformungen unter dem Eigengewicht beachtet werden. So müssen größere Überhänge gestützt werden, um ein Durchhängen zu verhindern.

2.2.2 Konstruktion eines Mikrodestillationsapparates mit helixförmigen Kanälen für das BJT/M-Verfahren

Im Vergleich zur fertigungsgerechten Konstruktion für den PBF-LB/M-Prozess sind hier fast beliebige Überhänge möglich. Daher kann bei der Konstruktion auf eine Verkippung der Schraubenlinie verzichtet werden. Andererseits ergeben sich andere Restriktionen, da das lose Pulver vor dem Sintern entfernt werden muss. Darum wurde im ersten Design-Entwurf (vgl. Abb. 4), der sich noch stark an das

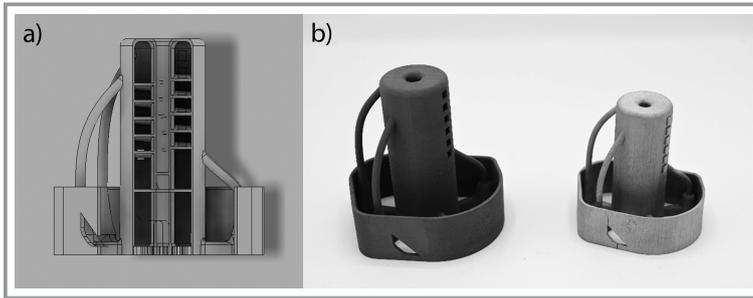


Abbildung 4. a) Schnittansicht des ersten BJT/M-Designs. Deutlich zu erkennen ist die größere Wandstärke als beim PBF-LB/M-Prozess aufgrund der Fragilität des Grünkörpers. Dagegen kann der spiralförmige Kanal ohne Verkipfung gedruckt werden. b) Vergleich des Grünkörpers (links) mit dem gesinterten Apparat (rechts). Der signifikante Schrumpfung beim Sintern ist klar erkennbar. Des Weiteren sind die offenen (Grünkörper) und verschlossenen rechteckigen Entpulverungsöffnungen im gesinterten Apparat sichtbar.

PBF-LB/M-Design anlehnte, in jedem Spiralgang eine Öffnung vorgesehen, durch die das Pulver entfernt werden kann. Die Öffnung wird vor dem Sintern mit einer Kappe verschlossen. Dies zeigt ein entscheidendes Problem des Verfahrens für die Verfahrenstechnik. Zudem wurde die Wandstärke auf 0,8 mm erhöht, so dass eine ausreichende Festigkeit des Grünkörpers für die Entpulverung erreicht wird. Bei geringeren Wandstärken besteht die Gefahr, dass die Wand beim Entpulvern zerbricht oder durch die abrasive Wirkung der Druckluft zerstört wird, wie in Abb. 5b und e dargestellt.

Mit diesen Erkenntnissen wurde das Design weiterentwickelt. Dazu wurden die Apparate geteilt und über eine Schraubverbindung verbunden, die durch die höhere Designfreiheit möglich wird (vgl. Abb. 6). Die Entpulverung wird so stark vereinfacht, da die Öffnung so insgesamt größer ist und durch geschicktes Drehen in Verbindung

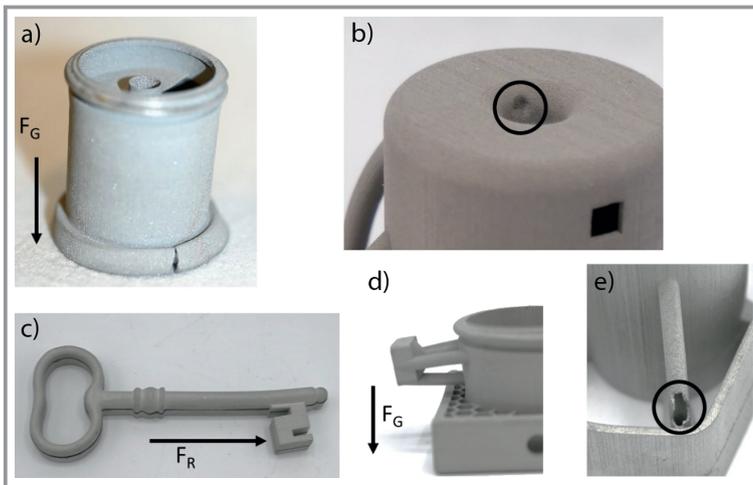


Abbildung 5. Typische Defekte bei BJT/M-Bauteilen. a) Bauteil, das durch das Eigengewicht beim Sintern eingebrochen ist, b) Defekt durch zu starken Druckluftstrahl beim Entpulvern, c) Verformung beim Sintern durch ungleichmäßig große Auflagefläche und dadurch ungleichmäßige Reibkräfte beim Sintern, d) Verformung durch Eigengewicht, e) Defekt beim Entpulvern.

mit einem leichten Druckluftstrahl das Pulver herausgeschüttelt werden kann. Verfahrenstechnisch bringt die Bauweise auch Vorteile, da sie ein beliebiges Verschalten der Apparate erlaubt. Wie in Abb. 5a, c und d dargestellt, kam es aber beim Sintern zu Problemen, da das Bauteil unter seinem eigenen Gewicht eingebrochen ist. Dies soll zukünftig umgangen werden, indem eine passende Stützstruktur für das Sintern gedruckt wird. Durch ein Trennmittel, z. B. Aluminiumoxid oder Zirkoniumdioxid, wird ein Zusammensintern verhindert, so dass die Teile danach wieder getrennt werden können. Diese Vorgehensweise stützt die kritischen Stellen und sorgt auch für einen gleichmäßigeren Schrumpfung.

3 Herstellung der Apparate

3.1 Verwendete 3D-Druck-Systeme

In dieser Studie wurde das PBF-LB/M-System Realizer SLM 125 (DMG Mori, Deutschland) verwendet. Das System ist mit einem 400 W Yttrium-Faserlaser und einem F- Θ -Linsensystem ausgestattet. Die Anlage hat eine interne Pulverrecycling-Anlage mit einem Ultraschallsieb. Die quadratische Bauplatte hat eine Größe von $125 \times 125 \text{ mm}^2$ bei einer maximalen Bauhöhe von insgesamt 200 mm.

Für die BJT/M-Apparate wurde das System P2500 von Digital Metal (Schweden) mit einem Bauraum von $203 \times 180 \times 69 \text{ mm}^3$ verwendet. Der Sinterprozess erfolgte unter Wasserstoffatmosphäre in Kaltwandretortenöfen (MUT bzw. Nabertherm, Deutschland). Die Apparate wurden in beiden Fällen aus Edelpulver (1.4404, PBF-LB/M: Carpenter Additive, UK ($d_{3,50} = \text{ca. } 31 \mu\text{m}$) bzw. BJT/M: Digital Metal ($d_{3,90} = \text{ca. } 30 \mu\text{m}$)) gefertigt. Die Apparate wurden vor dem Einsatz auf Dichtigkeit getestet. Eventuelle auftretende einzelne kleine Defekte wurden mit hitze- und chemikalienbeständigem 2-Komponentenharz abgedichtet.

3.2 Fertigungsaufwand

In Tab. 2 sind die typischen Herstellzeiten für die einzelnen Arbeitsschritte der beiden Prozesse dargestellt. Die Zeiten sind gleichzeitig auch ein guter Indikator für die Kosten der Schritte. Insgesamt ist das BJT/M-Verfahren deutlich zeitaufwendiger aufgrund der größeren Zahl an Schritten. Zu beachten ist bei den angegebenen Zeiten, dass die Druckzeiten und Sinterzeiten leichter skalierbar sind, da nicht direkt vom Bauteilvolumen abhängig [21, 27]. Andererseits ist

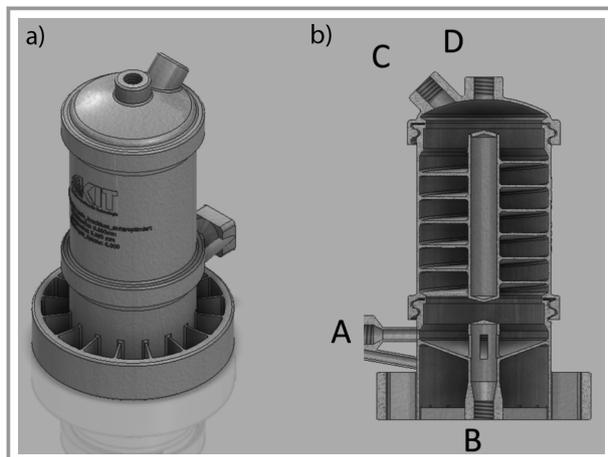


Abbildung 6. Für den BJT/M-Prozess optimiertes Design. a) Außenansicht und b) Schnittdarstellung. Im Vergleich zum ersten Design aus Abb. 4 wurde mit der modularen Bauweise über Schraubgewinde die Entpulverung merklich vereinfacht. Daneben wurde auf einen symmetrischeren Aufbau geachtet, um eine gleichmäßigen Schrumpfung beim Sintern zu erreichen.

die Entpulverung von innen liegenden Kanälen deutlich zeitintensiver. Dies macht noch einmal sichtbar, dass das Verfahren für leicht zu entpulvernde Teile geeigneter ist. Aus der Verfahrenstechnik würden sich hier z. B. Füllkörper, Einsätze, Düsen oder dergleichen eignen. Dort können die Vorteile der höheren Packungsdichte, Druckgeschwindigkeit und geringeren Rauheit genutzt werden. Das PBF-LB-Verfahren hat seine Stärken insbesondere bei der Fertigung von einzelnen Apparaten mit komplexeren inneren Strukturen. Zudem erlaubt es, durch die geringere Anzahl an Prozessschritten einen schnelleren Design-Build-Test-Zyklus.

4 Verfahrenstechnische Charakterisierung

Neben dem Fertigungsaufwand ist die verfahrenstechnische Performance – hier die Trennleistung – die entscheidende Größe für die Beurteilung. Folglich wurden die ersten Apparate hinsichtlich der Trennleistung charakterisiert.

Tabelle 2. Dauer der einzelnen Fertigungsschritte in Stunden für die beiden Druckverfahren.

Arbeitsschritt	PBF-LB/M	BJT/M
Druckvorbereitung	0,5	0,5
Druck	~48 (für 4 Apparate)	~24 (für 4 Apparate)
Aushärten	–	~4–24
Entpulvern	0,5–1 (für 4 Apparate)	~2–4 bzw. 1–2 (Design 2) (für 4 Apparate)
Entbindern und Sintern	–	~24
Mechanische Nachbearbeitung	1–2	0,5

4.1 Versuchsstand

Ziel des Versuchsstandes ist es, die Konzepte aus Abschn. 2 hinsichtlich ihrer Trennleistung experimentell zu charakterisieren. Von Sundberg et al. wurde ein Anlagen-Konzept für Mikrodestillationsapparaturen beschrieben [28]. An diesem Aufbau wurde sich orientiert. In Abb. 7 ist das Fließbild der Anlage gezeigt.

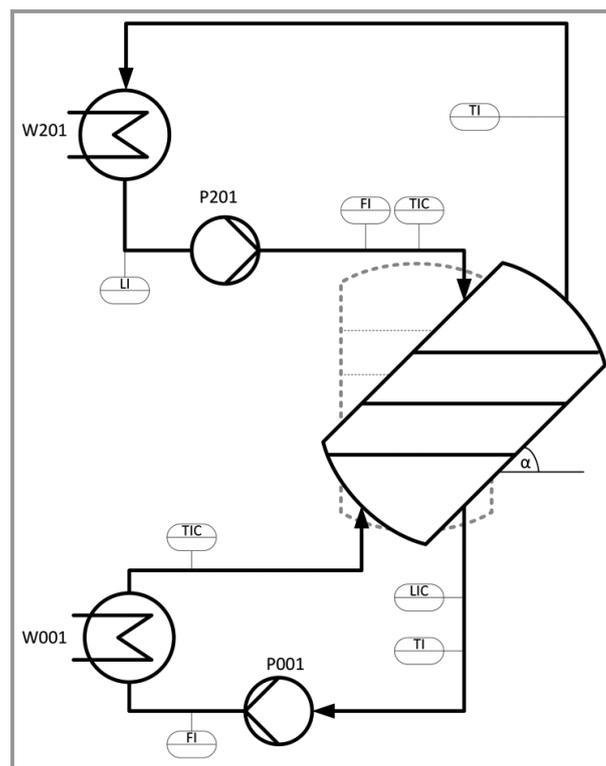


Abbildung 7. Fließbild der Testanlage zur Charakterisierung von additiv gefertigten Destillationsapparaten mit verschiedenen Ausrichtungen.

Der Anschluss der Trennapparate erfolgte über flexible isolierte PTFE-Schläuche, so dass auch Apparate mit verschiedenen Neigungs- und Anschlusspositionen einfach in die Anlage integriert werden können. Mit einer Mikrozahnringpumpe (HNP) Mikrosysteme, Deutschland) wird die austretende Flüssigkeit in einen mikrostrukturierten Verdampfer gefördert. Der Betriebspunkt des Verdampfers wird so gewählt, dass der Dampf überhitzt austritt. Mit begleitbeheizten Schläuchen und Rohren wurde sichergestellt, dass der Dampf nicht in diesen Leitungen auskondensiert. Im Vergleich zum Aufbau von Sundberg et al. wurde auf einen dedizierten Kühler des Kondensats

vor der Pumpe verzichtet. Der abgeführte Wärmestrom durch die freie Konvektion in den nicht isolierten Rohren ist hoch genug, um die Ströme bis zur Pumpe auf Raumtemperatur zu kühlen. Mittels eines Coriolis-Durchflusssensors (Bronkhorst) wird die Dichte und der Massenstrom bestimmt. Der Füllstand in der Leitung wird über einen Differenzdrucksensor ermittelt. Die Regelung des Füllstands erfolgt über die Leistung der Pumpe für das Kondensat aus dem Kondensator. Der austretende Dampf wird in einem konventionellen Spiralkühler aus Glas kondensiert. Dieser Strom wird wiederum mittels einer Mikrozahnringspumpe in einen mikrostrukturierten Wärmeübertrager gefördert, mit dem der Rücklauf temperiert werden kann. Die Dichte und der Massenstrom werden mit einem weiteren Coriolis-Durchflusssensor bestimmt. Die Steuerung und Regelung der Anlage erfolgt über eine Laborsteuerung (Hitec Zang, Deutschland).

Die Destillationsexperimente unter vollständigem Rückfluss wurden durchgeführt, indem eine äquimolare Mischung aus Heptan/Cyclohexan in der Apparatur vorgelegt wurde. Bei einer festen zugeführten Dampfmenge wurde die Anlage kontinuierlich betrieben, bis die Dichten nach dem Kondensator und vor dem Verdampfer sich nicht mehr wesentlich veränderten. Abschließend wurde jeweils eine Probe dieser Ströme mittels einer Spritze entnommen. Die Zusammensetzung wurde mit einem Gaschromatographen bestimmt. Die Anzahl der theoretischen Trennstufen wurde mit der Fenske-Gleichung [29] mit den Daten aus [30] bestimmt. Die durch die Probenahme entnommene Menge wurde jeweils wieder zugefügt.

4.2 Ergebnisse

In Tab. 3 sind die ersten Ergebnisse der Charakterisierung der gedruckten Apparate zu sehen. Wie erwartet ist die

Trennleistung bei 8 Windungen erheblich höher als bei 4. Die Ergebnisse der Apparate aus dem Binder-Jetter und dem PBF-LB/M-Drucker sind ähnlich. Die erreichten Trennleistungen sind mit maximal 2,8 Trennstufen noch gering, was auch an der geringen effektiven Trennhöhe von nur etwa 20 mm (4 Windungen) bzw. 40 mm (8 Windungen) liegt. Die Messungen belegen jedoch die Funktionsfähigkeit des Konzepts. So werden die Werte von Marandi et al. bei vergleichbaren Belastungen erreicht, bei deutlich kompakterer Bauweise. [8] Da bisher nur Apparate ohne weitere Einbauten genutzt wurden, besteht noch erhebliches Potenzial für Leistungssteigerungen. Dies zeigen die Ergebnisse aktuell laufender Studien mit solchen Einbauten. Diese Ergebnisse sind jedoch außerhalb des Fokus dieser Arbeit und werden daher zeitnah an anderer Stelle publiziert.

5 Fazit

In diesem Beitrag wurde der Entwicklungsprozess für komplett additiv gefertigte modulare Rektifikationsapparate mittels des PBF-LB/M- und BJT/M-Verfahrens vorgestellt. Die unterschiedlichen Vor- und Nachteile der beiden Verfahren wurden anhand des Designprozesses vorgestellt und am Fertigungsaufwand näher erläutert. Die beiden Entwürfe zeigen dabei den Einfluss, den das gewählte additive Fertigungsverfahren auf das Design hat. Die Überlegungen und Problemstellungen, die bei der Fertigung aufkamen, sind auch für die Auswahl eines geeigneten Verfahrens für andere verfahrenstechnische Apparate nutzbar. Beim PBF-LB/M gilt es, die innenliegenden Kanäle so zu gestalten, dass sie ohne Supportstrukturen auskommen. Demgegenüber ist beim BJT/M auf eine leichte Entpulverung von eben diesen zu achten. Der Sinterprozess ist eine weitere Herausforderung dort. Die Verfahrensauswahl sollte daher trotz

Tabelle 3. Ergebnisse der experimentellen Charakterisierung der ersten Apparate mit einer Kanalhöhe von 5 mm und 4 bzw. 8 Windungen.

Struktur	Massenstrom [g h^{-1}]		Molanteil Cyclohexan [-]		F-Faktor [$\text{Pa}^{0,5}$] ^{a)}	Anzahl theor. Trennstufen [-]
	Verdampfer	Kondensator	Sumpf	Kopf		
4 Windungen PBF-LB/M	109	64	0,49	0,65	0,036	1,6
	158	84	0,56	0,71	0,051	1,2
	172	90	0,52	0,62	0,056	0,9
4 Windungen BJT/M	105	52	0,39	0,58	0,034	1,4
	145	66	0,42	0,56	0,047	1,2
	178	95	0,43	0,57	0,058	1,0
8 Windungen PBF-LB/M	114	47	0,29	0,55	0,037	2,8
	147	77	0,30	0,64	0,048	2,6
	213	145	0,33	0,62	0,069	2,1

a) Bezogen auf den Querschnitt des Außenrohres (Durchmesser 25 mm).

der großen Freiheiten des 3D-Drucks früh im Entwicklungszyklus erfolgen. In beiden Verfahren liegen noch beträchtliche Potenziale für die Apparateentwicklung in der Verfahrenstechnik. Die ersten Ergebnisse der verfahrenstechnischen Charakterisierung erlauben den Schluss, dass die entwickelten Apparate gute Trennleistungen zeigen, die eine detaillierte Untersuchung sinnvoll erscheinen lassen. Durch die Verwendung von Einbauten, welche die Gas- bzw. Flüssigkeitsströmung durchmischen, lässt sich die Trennleistung signifikant erhöhen. Gleichzeitig können die Vorteile der Designfreiheit der additiven Fertigung voll zur Geltung gebracht werden. Dies wird Gegenstand einer weiteren Veröffentlichung sein.

Manuel Hofheinz und Fabian Rupp (IMVT, KIT) sei für die Hilfe beim Drucken und bei der mechanischen Nachbearbeitung gedankt. Anselm Dreher (IMVT, KIT) sei für die Unterstützung als studentische Hilfskraft beim Betrieb des BJT/M-Systems und beim Design hierfür gedankt. Bei Herrn Dr.-Ing. Steffen Antusch (IAM-WK, KIT) bedanken sich die Autoren für die Möglichkeit am IAM-WK Sinterläufe durchzuführen. Open Access Veröffentlichung ermöglicht und organisiert durch Projekt DEAL.

Formelzeichen

d	[m]	Partikeldurchmesser
F	[kg m s ⁻²]	Kraft
α	[°]	Winkel

Indizes

G	Gewichtskraft
R	Reibkraft

Abkürzungen

AM	Additive Fertigung
BJT/M	Binder-Jetting auf Metalle
CAD	Computer Aided Design
PBF-LB/M	Pulverbettbasiertes Schmelzen von Metallen mittels Laser
SLM	Selective Laser Melting

Literatur

- [1] J. Neukäuffer, F. Hanusch, M. Kutscherauer, S. Rehfeldt, H. Klein, T. Grütznert, *Chem. Ing. Tech.* **2019**, *91* (7), 1014–1023. DOI: <https://doi.org/10.1002/cite.201800171>
- [2] J. Neukäuffer, N. Sarajlic, H. Klein, S. Rehfeldt, H. Hallmann, C. Knösche, T. Grütznert, *AIChE J.* **2021**, *67* (11), e17381. DOI: <https://doi.org/10.1002/aic.17381>
- [3] A. Reitze, M. Grünwald, J. Riese, *Ind. Eng. Chem. Res.* **2022**, *61* (1), 740–746. DOI: <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.1c03931>
- [4] S. Bolton, A. Kasturi, S. Palko, C. Lai, L. Love, J. Parks, S. Xin, C. Tsouris, *Sep. Sci. Technol.* **2019**, *54* (13), 2047–2058. DOI: <https://doi.org/10.1080/01496395.2019.1622566>
- [5] B. Sun, T. Bhatelia, R. P. Utikar, G. M. Evans, V. K. Pareek, *Chem. Eng. Process.* **2021**, *167*, 108533. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cep.2021.108533>
- [6] J. Riese, A. Hoff, J. Stock, A. Górák, M. Grünwald, *Chem. Ing. Tech.* **2020**, *92* (7), 818–830. DOI: <https://doi.org/10.1002/cite.202000032>
- [7] *Modular Plants Flexible chemical production by modularization and standardization – status quo and future trends*, Temporärer ProcessNet-Arbeitskreis „Modulare Anlagen“, Frankfurt **2016**.
- [8] S. Mardani, L. S. Ojala, P. Uusi-Kyyny, V. Alopaeus, *Chem. Eng. Process.* **2016**, *109*, 136–148. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cep.2016.09.001>
- [9] F. Morton, P. J. King, A. McLaughlin, *Trans. Inst. Chem. Eng.* **1964**, *42*, T285–T295.
- [10] F. Morton, P. J. King, A. McLaughlin, *Trans. Inst. Chem. Eng.* **1964**, *42*, T296.
- [11] W. Podbielniak, *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.* **1941**, *13* (9), 639–645. DOI: <https://doi.org/10.1021/i560097a020>
- [12] E. Krell, *Handbuch der Laboratoriumsdestillation*, 3rd ed., Physikalisch-chemische Trenn- und Meßmethoden, Vol. 1, Hüthig, Heidelberg **1976**.
- [13] J. J. Bower, L. Cooke, *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.* **1943**, *15* (4), 290–293. DOI: <https://doi.org/10.1021/i560116a028>
- [14] F. B. Shorland, *J. Appl. Chem.* **1952**, *2* (8), 438–440. DOI: <https://doi.org/10.1002/jctb.5010020803>
- [15] DIN EN ISO/ASTM 52900:2022-03, *Additive Fertigung – Grundlagen – Terminologie (ISO/ASTM 52900:2021)*, Beuth Verlag, Berlin **2022**.
- [16] O. Diegel, A. Nordin, D. Motte, *A Practical Guide to Design for Additive Manufacturing*, Springer Singapore, Singapore **2019**.
- [17] I. Gibson, D. Rosen, B. Stucker, M. Khorasani, *Additive Manufacturing Technologies*, Springer International Publishing, Cham **2021**.
- [18] C. Klahn, M. Meboldt, *Additive Fertigung*, 2nd ed., Vogel Communications Group, Würzburg **2020**.
- [19] N. Ahmed, I. Barsoum, G. Haidemenopoulos, R. A. Al-Rub, Process parameter selection and optimization of laser powder bed fusion for 316L stainless steel: A review, *J. Manuf. Process.* **2022**, *75*, 415–434. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.12.064>
- [20] A. Charles, A. Elkaseer, L. Thijs, V. Hagenmeyer, S. Scholz, *Appl. Sci.* **2019**, *9* (6), 1256. DOI: <https://doi.org/10.3390/app9061256>
- [21] P. K. Gokuldoss, S. Kolla, J. Eckert, *Materials* **2017**, *10* (6), 672. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma10060672>
- [22] www.exone.com/Admin/ExOne/media/Documents/Mfg-Guidelines-Download-Updated-04142020-NEW.pdf (Accessed on February 01, 2022)
- [23] A. Mostafaei, A. M. Elliott, J. E. Barnes, F. Li, W. Tan, C. L. Cramer, P. Nandwana, M. Chmielus, *Prog. Mater. Sci.* **2021**, *119*, 100707. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2020.100707>
- [24] https://48qrkdj4t6l418691q9oyl1b-wpengine.netdna-ssl.com/wp-content/uploads/2021/11/DIM0108_Data-sheet-316L.pdf (Accessed on February 01, 2022)
- [25] <https://digitalmetal.tech/home-digital-metal/benchmark-tests/> (Accessed on February 01, 2022)
- [26] <https://digitalmetal.tech/printer-line/ancillary-equipment/> (Accessed on February 01, 2022).

- [27] S. Manoharan, K. Lee, L. Freiberg, M. Coblyn, G. Jovanovic, B. K. Paul, *Procedia Manuf.* **2019**, *34*, 603–612. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2019.06.168>
- [28] A. T. Sundberg, P. Uusi-Kyyny, K. Jakobsson, V. Alopaeus, *Chem. Eng. Res. Des.* **2013**, *91* (5), 753–760. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2012.08.009>
- [29] A. Mersmann, M. Kind, J. Stichlmair, *Thermische Verfahrenstechnik: Grundlagen und Methoden*, 2nd ed., Springer-Verlag, Heidelberg **2005**.
- [30] *VDI-Wärmeatlas*, 11th ed., Springer Verlag, Berlin **2013**.

DOI: 10.1002/cite.202200011

Einfluss des Druckverfahrens auf die Gestalt einer mikrostrukturierten Rektifikationsapparatur

Fabian Grinschek*, Sören Dübal, Christoph Klahn, Roland Dittmeyer

Research Article: Wir zeigen den Designprozess für kompakte fertigungsgerechte Mikrorektifikationsapparate für zwei Metall-3D-Druck-Verfahren: Binder-Jetting (BJT/M) und pulverbettbasiertes Schmelzen von Metallen mittels Laser (PBF-LB/M). Restriktionen der Verfahren, z. B. in Bezug auf Überhänge und die Entpulverungs- und Sinterschritte, werden erklärt.

