

Fabian Grinschek

Entwicklung additiv gefertigter, modularer, mikrostrukturierter Rektifikationsapparate



Fabian Grinschek

**Entwicklung additiv gefertigter, modularer,
mikrostrukturierter Rektifikationsapparate**

Entwicklung additiv gefertigter, modularer, mikrostrukturierter Rektifikationsapparate

Zur Erlangung des akademischen Grades eines
DOKTORS DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN

von der KIT-Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik des
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)
genehmigte

DISSERTATION

von
Fabian Grinschek, M. Sc.
aus Tuttlingen

Tag der mündlichen Prüfung: 29.07.2024

Erstgutachter: Prof. Dr.-Ing. Roland Dittmeyer

Zweitgutachter: Prof. Dr.-Ing. Matthias Franzreb

Fabian Grinschek

Institut für Mikroverfahrenstechnik

Karlsruher Institut für Technologie

Hermann-von-Helmholtz-Platz 1

76344 Eggenstein-Leopoldshafen

Deutschland

ORCID[®] iD : 0000-0002-4426-1013

Umschlaggestaltung: Fabian Grinschek

Umschlagbild: Auswahl der hergestellten HeliDist-Einheiten © KIT/Amadeus Bramsiepe
(siehe Abb. 9.2, Seite 121)

©2025 Fabian Grinschek. Dieses Werk – ausgenommen entsprechend gekennzeichnete Teile und das Titelbild – ist lizenziert unter einer Creative-Commons-Lizenz Namensnennung - Nicht-kommerziell 4.0 International (CC BY-NC 4.0).



Eine Kopie der Lizenz ist verfügbar unter:

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/deed>

DOI: 10.5445/IR/1000177956

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen Menschen bedanken, die mich bei der Anfertigung meiner Dissertation unterstützt haben.

Für den großen Freiraum, das Vertrauen und die Möglichkeit diese Arbeit durchführen zu können, danke ich Prof. Dr.-Ing. Roland Dittmeyer sehr. Ebenso für die wertvollen Diskussionen, Anregungen und Hinweise während der Anfertigung der Arbeit. Prof. Dr.-Ing. Matthias Franzreb danke ich für die Übernahme des Zeitgutachtens.

Ich danke Prof. Christoph Klahn für die Zeit in der ADD-Gruppe. Die Unterstützung, der ständige Austausch, und die neuen Ideen dadurch waren sehr wertvoll für mich. Für die Zeit in der LIQ-Gruppe möchte ich mich bei Manfred Kraut bedanken, der immer eine offene Tür für Fragen hatte.

Die vorliegende Arbeit wurde teilweise durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG – SFB 1441 – Project-ID 426888090) finanziert. Dafür möchte ich mich herzlich bedanken.

Dem gesamten IMVT danke ich für die Unterstützung. Mein besonderer Dank gilt Manuel Hofheinz und Fabian Rupp für ihre unermüdliche Unterstützung bei der mechanischen Fertigung und der Bedienung der AM-Systeme. Zudem standen sie mir jederzeit für Fragen zur Verfügung. Ohne ihre Hilfe wäre die Vielzahl der HeliDist-Einheiten nicht realisierbar gewesen. Ein großes Dankeschön geht auch an die gesamte Werkstatt des IMVT für die Unterstützung und Hilfe. Bei Cornelia Schorle bedanke ich mich für ihre wertvollen Ratschläge, ihre tatkräftige Unterstützung und ihre helfende Hand, wann immer ich sie bei mechanischen Problemen gebraucht habe. Insbesondere aber auch für die Durchführung der unzähligen Leckagetests. An dieser Stelle möchte ich Florian Messerschmidt für die Anfertigung der Querschleife und REM-Aufnahmen sowie Torsten Wunsch für die Fertigung der Einlegeteile danken.

Ich danke besonders allen Studierenden, die durch ihre Bachelor- und Masterarbeiten und/oder als Hilfwissenschaftlerin bzw. Hilfwissenschaftler zu meiner Arbeit beigetragen haben. Die Diskussionen mit Euch, Eure Anregungen und Ideen haben das Projekt „AM Distillation“ sehr bereichert. Die Arbeit mit Euch hat mir sehr viel Freude bereitet und ich hoffe Euch auch.

Ich möchte mich bei allen Fahrradfahrern und Teilnehmern der „Pasta“-Runden bedanken, die mir geholfen haben, meine Pausen und meinen Arbeitsweg zu verkürzen. Ein besonderer Dank geht an Hannah, Laura, Tabea, Paul und David für ihre Unterstützung, die guten Diskussionen und die gemeinsame Zeit, insbesondere auch außerhalb des Instituts.

Bei allen Korrekturleserinnen und Korrekturlesern bedanke ich mich für Eure Anmerkungen, Ideen und die gefundenen unvollständigen Halbsätze, die ich schon nicht mehr gesehen habe.

Ich bedanke mich bei Steffen Antusch vom IAM für die Möglichkeit, dort Sinterversuche durchführen zu können, sowie bei Amal und Ahmed vom IAI für die gute Zusammenarbeit bei der Untersuchung und Veröffentlichung zu den dünnen Wänden.

Bei meinem privaten Umfeld bedanke ich mich von ganzem Herzen. Schließlich möchte ich mich bei meinen Eltern für ihre unbedingte Unterstützung auf meinem gesamten Lebensweg bedanken.

Sollte sich irgendjemand vergessen fühlen, so geschah dies nicht mit Absicht und ich bedanke mich!

Abstract

Decentralized Power-to-X plants for converting local, surplus, renewable electrical energy into easily storable chemical energy carriers are an important component of the energy transition. However, solutions are still lacking, especially for small-scale processing of feedstocks by distillation.

Therefore, this work describes the development of additively manufactured, modular, microstructured rectification apparatuses with helical flow guidance for such applications. In addition, additive manufacturing is established as a process for fabricating micro process equipment.

Based on a literature review of known concepts for micro distillation, it is shown that helical flow paths are advantageous compared to other concepts in terms of separation performance, throughput, and specific volume of the apparatus. Despite being known since the middle of the last century, this concept has not yet been adopted due to the high manufacturing effort and associated high costs. However, the advent of additive manufacturing can help overcome these challenges.

Two numerical models were developed for the design of the apparatus. A model for the liquid film provides important results for the design of the apparatus: At higher liquid loads, the liquid flows mainly on the outside, driven by centrifugal force, and the significantly longer travel distance is more than compensated for by the higher velocity. As a result, the residence time at that location decreases. Therefore, it is recommended to widen the channel for low film height and uniform liquid distribution. An inner boundary should also be used to prevent short-circuit flow along the vertical axis of the helix.

The separation performance was modeled using the hydrodynamic analogy concept, which was successfully adapted and applied to the helical distillation apparatus. The flow in the apparatus was simplified as two-dimensional, and the convection-diffusion equation was numerically solved using a simplified velocity profile. The influence of the secondary flow in the gas phase was included by employing location-dependent dispersion coefficients. The modeling results indicate that the secondary flow can increase the separation efficiency by a factor of about four compared to a laminar gap flow. A parameter study revealed that the critical influencing factors are the channel

height and the gas load. The modeling suggests that additional mixing of the gas and liquid phase through internals is advantageous.

With these results, the operating principle of the apparatus is fixed on the helical countercurrent flow of gas and liquid. Prior to the design, the system boundaries, constraints and interfaces are defined. The two processes used (powder bed fusion of metal with laser beam (PBF-LB/M) and binder jetting on metals) and their design guidelines are presented prior to the detailed design.

The parameter optimization for the production of thin-walled, gas-tight parts with overhanging surfaces using the PBF-LB/M process significantly increases the possibilities for the design of process equipment and lays the foundation for the production of helical distillation units. A statistical design of experiments approach was used to determine the appropriate process window for laser speed and power. With test specimens, it was successfully demonstrated that the PBF-LB/M process can produce gas-tight walls with a wall thickness of less than $< 300 \mu\text{m}$ and an overhang angle of 30° , despite the small fault tolerance. Ensuring high process repeatability is the critical factor.

The different designs of the so-called "HeliDist" units show the influence of the chosen additive manufacturing process on the design of the apparatuses. The advantages and disadvantages of the two processes in the design and manufacturing process are discussed comparatively. In the PBF-LB/M process, the fabrication of overhanging surfaces is a challenge, requiring the apparatuses to be fabricated and built at an angle. In the binder jetting process, the critical step is not the actual printing, but the depowdering of the fragile green bodies and the sintering process. The PBF-LB/M process is advantageous in terms of both manufacturing time and cost. In modular design, up to 9 devices can be manufactured within 72 h. With a fabrication cost of about 120 Euro per module, it is in the range of commercial laboratory packages, which shows the potential for competitive fabrication of microstructured distillation equipment or micro process equipment in general.

A test rig has been set up for rapid experimental characterization of different distillation apparatus. It allowed the determination of mass and heat flows, as well as fast changes between different apparatuses. In combination with the production-ready design, more than 50 different apparatuses have been experimentally characterized. This underscores the enormous potential for device development and demonstrates the rapid design-test cycles possible with AM technologies. For a general verification of the working principle, apparatuses with different number of turns were fabricated and the theoretical number of plates was determined using the cyclohexane/n-heptane test system. A linear dependence on the number of turns was found, proving that the separation efficiency is determined by the number of channel turns and not by inlet effects. During these tests separation efficiencies of down to 14 millimeters per theoretical separation plate were

achieved. In addition, a dependence of the separation efficiency on the mounting angle was identified.

The feasibility of directly manufacturing regular lattice structures within the channels as a layer to guide the liquid has proven to be very promising. Regular lattice structures with a layer height of 0,625 mm on all channel walls were able to increase the separation performance by up to 50 % compared to without these internals. As a result, with a HeliDist-unit with a pitch of 4 mm, separation performance of only 6 mm per theoretical plate were possible. At the same time, the effect of assembly misalignment was significantly reduced.

Initial tests have also shown the applicability of the HeliDist concept to the methanol-water system. The concept is therefore suitable for use in methanol-water distillation and will be further investigated in the future as part of the "H₂Mare" project.

In summary, this work represents a step toward the application of modular, microstructured distillation apparatuses. The use of additive manufacturing has overcome previous obstacles in the production of distillation apparatuses with helical flow guidance. The achieved high separation performance demonstrates the potential of this concept. Further optimization in terms of throughput, energy efficiency, and separation performance can result in competitive distillation apparatuses for decentralized and compact Power-2-X systems.

Kurzzusammenfassung

Im Rahmen der Energiewende sind dezentralisierte Power-to-X-Anlagen zur Umwandlung von lokaler, überschüssiger, erneuerbarer, elektrischer Energie in leicht speicherbare chemische Energieträger ein wichtiger Baustein. Insbesondere für die kleinskalige Aufarbeitung der Rohprodukte durch die Rektifikation fehlen hier jedoch noch Lösungen.

Die vorliegende Arbeit beschreibt die Entwicklung additiv gefertigter, modularer, mikrostrukturierter Rektifikationsapparate mit helikaler Strömungsführung für solche Anwendungen. Zudem wird die additive Fertigung als Verfahren zur Herstellung von mikroverfahrenstechnischen Apparaten anhand dieses Beispiels etabliert.

Basierend auf einer Literaturrecherche hinsichtlich bereits bekannter Konzepte für die Mikrorektifikation zeigt sich, dass die helikale Strömungsführung im Vergleich zu anderen Konzepten bezüglich ihrer Trennleistung, ihres Durchsatzes sowie spezifischen Apparatévolumens besonders vorteilhaft ist. Obwohl dieses Apparatekonzept bereits seit Mitte des letzten Jahrhunderts bekannt ist, konnte es sich aufgrund des hohen Fertigungsaufwands sowie der damit verbundenen hohen Kosten bislang nicht durchsetzen. Hier können die neuen Möglichkeiten der additiven Fertigung helfen, diese Hürden zu überwinden.

Für die modellgestützte Auslegung wurden zwei Modelle erarbeitet. Ein Filmmodell für die Flüssigkeitsströmung liefert wichtige Ergebnisse zur Apparateauslegung. Bei höheren Flüssigkeitsbelastungen fließt die Flüssigkeit, von der Zentrifugalkraft getrieben, hauptsächlich an der Außenseite und überkompensiert den längeren Laufweg durch eine höhere Geschwindigkeit deutlich. Für eine geringe Filmhöhe und gleichmäßige Flüssigkeitsverteilung sollte daher der Kanal möglichst breit sein. Zweitens sollte eine Kurzschlussströmung im Inneren der Helix entlang der vertikalen Achse durch eine innere Begrenzung vermieden werden.

Zur Modellierung der Trennleistung wurde das sogenannte hydrodynamische Analogiekonzept erfolgreich für helikale Rektifikationsapparaturen angewandt. Dabei wurde die Strömung in den Apparaten als zweidimensionale Strömung vereinfacht und mit dem vereinfachten Geschwindigkeitsprofil die Konvektions-Diffusions-Gleichung numerisch

gelöst. Der Einfluss der Sekundärströmung in der Gasphase wurde mit Hilfe der ortsabhängigen Dispersionskoeffizienten einbezogen. Die Modellierungsergebnisse zeigen, dass die Trennleistung durch die Sekundärströmung um etwa den Faktor vier, im Vergleich zu einer laminaren Spaltströmung, erhöht werden kann. Eine Parameterstudie ergab, dass die Kanalhöhe und die Gasbelastung kritische Einflussfaktoren sind. Eine zusätzliche Durchmischung der Gas- und Flüssigphase durch Einbauten ist nach der Modellierung vorteilhaft.

Mit diesen Ergebnissen wird das Wirkprinzip der Apparate auf die helikale Gegenströmungsführung von Gas und Flüssigkeit festgelegt. Vor der Konstruktion werden die Systemgrenzen, die Randbedingungen und Schnittstellen definiert. Die zwei verwendeten Verfahren (Pulverbettbasiertes Schmelzen von Metallen mittels Laser (PBF-LB/M) und Binder-Jetting auf Metalle) und deren Gestaltungsrichtlinien werden vor der detaillierten Konstruktion vorgestellt.

Die Parameteroptimierung für die Fertigung von dünnwandigen, gasdichten Bauteilen mit überhängenden Flächen mittels PBF-LB/M-Verfahren erweitert dieses für den Einsatz in der Verfahrenstechnik und legt die Grundlagen für die Herstellung der Apparate. Mit Hilfe der statistischen Versuchsplanung wurde das geeignete Prozessfenster für den Spurabstand, die Lasergeschwindigkeit und die Laserleistung ermittelt. Anhand von Probekörpern wurde erfolgreich nachgewiesen, dass es trotz der geringen Fehlertoleranz möglich ist, gasdichte Wände mit einer Wandstärke von weniger als $s < 300 \mu\text{m}$ und einem Überhangwinkel von 30° mit Hilfe des PBF-LB/M-Verfahrens herzustellen. Die Gewährleistung einer hohen Reproduzierbarkeit des Prozesses stellt einen entscheidenden Faktor dar.

Die Entwürfe für die Apparate zeigen den Einfluss, den das gewählte additive Fertigungsverfahren auf die Gestalt der Apparatur hat. Die Vor- und Nachteile der beiden Verfahren im Design- und Fertigungsprozess werden vergleichend diskutiert. Beim PBF-LB/M-Verfahren stellt die Fertigung von überhängenden Flächen eine Herausforderung dar, weshalb die Teile geneigt gefertigt und aufgebaut werden müssen. Beim Binder-Jetting-Verfahren liegt der kritische Schritt nicht im eigentlichen Druck, sondern in der Entpulverung der fragilen Grünkörper und im Sinterprozess. Das PBF-LB/M-Verfahren ist sowohl in Bezug auf Fertigungszeit als auch Kosten für die untersuchte Stückzahl vorteilhaft. In modularem Design können bis zu 9 Apparaturen innerhalb von 72 h gefertigt werden. Mit Herstellungskosten von etwa 120 Euro pro Modul bewegt es sich im Bereich von Verkaufspreisen kommerzieller Laborpackungen, was das Potenzial für die wettbewerbsfähige Fertigung von mikrostrukturierten Rektifikationsapparaturen bzw. mikroverfahrenstechnischen Apparaturen im Allgemeinen mit der additiven Fertigung zeigt.

Es wurde ein Teststand zur schnellen experimentellen Charakterisierung verschiedener Apparate aufgebaut. Dieser ermöglichte die Bestimmung der Massen- und Wärmeströme sowie schnelle Wechsel zwischen verschiedenen Apparaten. Im Zusammenspiel mit der fertigungsgerechten Gestalt konnten insgesamt über 50 verschiedene Apparate experimentell charakterisiert werden. Dies unterstreicht das enorme Potenzial für die Apparateentwicklung und zeigt die schnellen Design-Test-Zyklen, die mit der Technologie möglich sind. Zur generellen Überprüfung des Wirkprinzips wurden Apparate mit unterschiedlicher Windungszahl gefertigt und die theoretische Trennstufenzahl mit dem Testsystem Cyclohexan/n-Heptan bestimmt. Es zeigte sich eine lineare Abhängigkeit von der Anzahl der Windungen, was beweist, dass die Trennwirkung von der Kanalwindungszahl bestimmt wird und nicht von Einlaufeffekten. Bei den Versuchen wurden Trennleistungen von bis zu 14 Millimeter pro theoretischer Trennstufe erreicht. Zudem wurde eine Abhängigkeit der erzielten Trennleistung vom Montagewinkel identifiziert. Durch eine leichte Verkippung der Apparate um 5 Grad um die Horizontale wurden deutlich höhere Trennleistungen, insbesondere bei niedrigen Belastungen, ermittelt. Versuche mit transparenten Apparaten führen dies auf eine bessere Flüssigkeitsverteilung und Durchmischung zurück. Durch Einbauten konnte dieser Effekt minimiert werden. Regelmäßige Gitterstrukturen an allen Kanalwänden konnten die Trennleistung so zudem um 50 % steigern. Hiermit wurden Trennleistungen von nur 6 Millimeter pro theoretischer Trennstufe möglich. Erste Versuche zeigten die Anwendbarkeit auf die Methanol-Wasser-Rektifikation. Das Konzept ist daher für den Einsatz in der Methanol-Wasser-Destillation vielversprechend und wird in Zukunft im Rahmen des Projekts „H₂Mare“ weiter untersucht werden.

Zusammenfassend handelt es sich bei dieser Arbeit um einen Schritt in Richtung Anwendung von modularen, mikrostrukturierten Rektifikationsapparaturen. Die Verwendung der additiven Fertigung ermöglichte die Überwindung bisheriger Hindernisse bei der Fertigung von Apparaten mit helikaler Strömungsführung. Die erzielten hohen Trennleistungen zeigen das Potenzial des Konzepts. Durch weitere Optimierungen in Bezug auf Durchsatz, Energieeffizienz und Trennleistung können wettbewerbsfähige Apparate für dezentrale und kompakte Anlagen entstehen.

Veröffentlichungen

Teile der Arbeit wurden vom Verfasser der Arbeit als Erstautor bereits in 5 Fachartikeln in wissenschaftlichen, begutachteten Fachzeitschriften veröffentlicht.

1. **F. Grinschek**, J. Betz, C. Chiu, S. Dübal, C. Klahn, R. Dittmeyer, Additive manufactured helical micro distillation units for modular small scale plants, *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, 2025, 208, 110113, DOI: 10.1016/j.cep.2024.110113
2. **F. Grinschek**, A. Charles, A. Elkaseer, C. Klahn, S. G. Scholz, R. Dittmeyer, Gas-tight means zero defects - design considerations for thin-walled fluidic devices with overhangs by laser powder bed fusion, *Materials & Design* 2022, 223, 111174. DOI: 10.1016/j.matdes.2022.111174
3. **F. Grinschek**, B. Ladewig, A. Navarrete Munoz, C. Klahn, R. Dittmeyer, Getting Chemical and Biochemical Engineers Excited about Additive Manufacturing, *Chemie Ingenieur Technik* 2022, 94 (7), 931 – 938. DOI: 10.1002/cite.202200010
4. **F. Grinschek**, S. Dübal, C. Klahn, R. Dittmeyer, Einfluss des additiven Fertigungsverfahrens auf die Gestalt einer Mikrorektifikationsapparatur, *Chemie Ingenieur Technik* 2022, 94 (7), 958-966. DOI: 10.1002/cite.202200011
5. **F. Grinschek**, D. Xie, M. Klumpp, M. Kraut, E. Hansjosten, R. Dittmeyer, Regular microstructured elements for intensification of gas-liquid contacting made by selective laser melting, *Ind. Eng. Chem. Res.* 2020, 59 (9), 3736-3743, DOI: 10.1021/acs.iecr.9b04548

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Bedarf an neuen Konzepten für dezentrale, modulare, mikrostrukturierte Rektifikationsapparate	1
1.2	Die additive Fertigung als Schlüssel zur effizienten Fertigung von modula- ren, mikrostrukturierten (Rektifikations-)Apparaten	2
1.3	Ziel und Aufbau der Arbeit	4
2	Hintergrund	9
2.1	Grundlagen der Rektifikation	9
2.1.1	Bilanzgleichungen	13
2.2	Apparative Konzepte für die (kleinskalige) Destillation	14
2.2.1	Vertikale Strömungsführung	14
2.2.2	Mikrodestillationsapparate mit horizontaler Strömungsrichtung	17
2.2.3	Rektifikationsapparaturen mit helikaler Strömungsführung	18
2.2.4	Weitere Konzepte	20
2.2.5	Vergleich der verschiedenen Konzepte	21
2.2.6	Fazit für die Apparateentwicklung	22
3	Modell für die Filmströmung in helikalen Kanälen	25
3.1	Hintergrund	25
3.2	Modellannahmen und Vereinfachungen	25
3.3	Modellgleichungen	26
3.4	Ergebnisse der Modellierung der Filmströmung in helikal gewundenen Kanälen mit rechteckigem Querschnitt	29
3.4.1	Filmhöhe	30
3.4.2	Strömungsfeld	31
3.4.3	Einfluss des Innenradius	35
3.5	Formabweichungen	35
3.6	Fazit und Zusammenfassung	37
4	Modell der hydrodynamischen Analogie für helikale Rektifikationsapparaturen	39
4.1	Hintergrund	39
4.2	Modellaufbau	40

4.2.1	Geometrie	40
4.2.2	Fluiddynamik	41
4.2.3	Wärme- und Stofftransport	46
4.2.4	Durchmischungspunkte	48
4.3	Numerische Implementierung	48
4.4	Simulationsergebnisse	49
4.4.1	Geschwindigkeitsprofil	49
4.4.2	Konzentrationsfeld	50
4.4.3	Durchmischungslänge	54
4.4.4	Gasbelastung	55
4.4.5	Kanalhöhe	55
4.4.6	Poröse Einbauten	56
4.5	Bedeutung für die Apparategestaltung	57
5	Anforderungen an den Apparat	59
5.1	Konzeptioneller Aufbau und Systemgrenzen	59
5.2	Anforderungen	60
6	Hintergrund und Gestaltungsrichtlinien der genutzten additiven Fertigungsverfahren	63
6.1	Pulverbettbasiertes Schmelzen von Metallen mittels Laser (PBF-LB/M)	63
6.1.1	PBF-LB/M-System	64
6.1.2	Gestaltungsrichtlinien	65
6.2	Freistrah-Bindemittelauftrag auf Metalle (BJT/M)	66
6.2.1	BJT/M-System	67
6.2.2	Gestaltungsrichtlinien	67
6.3	Fazit	70
7	Parameterfindung für gasdichte dünne Überhänge mit dem PBF-LB/M-Verfahren	71
7.1	Stand der Technik	71
7.2	Methoden	72
7.2.1	Aufbau der Untersuchung	72
7.2.2	Probekörper	73
7.2.3	Belichtungsstrategie	74
7.2.4	Aufbau der statistischen Versuchspläne	76
7.2.5	Leckageidentifikation und Leckageratenbestimmung	78
7.2.6	Oberflächencharakterisierung	80
7.2.7	Querschnitte	81
7.3	Ergebnisse	81
7.3.1	Parameteridentifikation	81

7.3.2	Reproduzierbarkeit	85
7.3.3	Position der Defektstellen	88
7.3.4	Metallographische Untersuchungen	88
7.3.5	Wandstärke	91
7.3.6	Einfluss des Überhangwinkels	92
7.3.7	Optimierung der Parameter hinsichtlich Geschwindigkeit	93
8	Fertigungsgerechte Konstruktion von helikalen Rektifikationsapparaten	97
8.1	Konzeptioneller Aufbau der CAD-Modelle	97
8.2	Apparategestaltung für das PBF-LB/M-Verfahren	97
8.2.1	Helikaler Kanal	98
8.2.2	Einbauten zur Trennleistungssteigerung	99
8.2.3	Integrierte Anschlussvariante für Einzelapparate	100
8.2.4	Integrierte modulare Anschlussvariante	101
8.2.5	Hybrid gefertigte modulare Variante für die (Klein-)Serienfertigung	103
8.2.6	Kontinuierliche Rektifikation mit Produktabzug	109
8.3	Apparategestaltung für das BJT/M-Verfahren	110
8.4	Vergleich der beiden Verfahren	113
8.4.1	Fertigungszeit	113
8.4.2	Fertigungskosten	115
8.4.3	Fazit	117
9	Methoden der verfahrenstechnischen Charakterisierung	119
9.1	Versuchsstand zur Charakterisierung	119
9.2	Untersuchte Apparate	120
9.3	Vorbereitung der HeliDist-Einheiten	124
9.3.1	Entpulverung und Reinigung	124
9.3.2	Leckageidentifikation und -verschluss	124
9.3.3	Lokale Temperaturmessstellen	124
9.3.4	Isolation	125
9.3.5	Montage	126
9.4	Methoden	126
9.4.1	Rektifikation bei totalem Rücklauf	126
9.4.2	Rektifikation mit Produktabzug	127
9.4.3	Statischer Flüssigkeitsinhalt	127
9.4.4	Bestimmung der Änderung des Flüssigkeitsinhalts im Betrieb	127
9.4.5	Bestimmung der Wärmeverluste	128
9.4.6	Visualisierung der Strömung	128
10	Ergebnisse der verfahrenstechnischen Charakterisierung	131
10.1	Benetzung und statischer Flüssigkeitsinhalt	131

10.2 Isolationskonzepte	132
10.3 Trennleistung	136
10.3.1 Einfluss der Kanalhöhe	137
10.3.2 Windungszahl	138
10.3.3 Winkelabweichungen	145
10.3.4 Einfluss der Wärmeverluste auf die Trennleistung	150
10.3.5 Flutpunkt	151
10.4 Kontinuierlicher Betrieb mit endlichem Rücklaufverhältnis	154
10.5 Druckverlust	155
10.6 Einbauten zur Trennleistungssteigerung	157
10.6.1 Senkrechte Durchmischungselemente	157
10.6.2 Regelmäßige Gitterstrukturen	158
10.7 Vergleich der experimentellen Ergebnisse mit dem HA-Modell	161
10.8 Vergleich der Ergebnisse mit der Literatur und kommerziellen Kolonnen .	163
10.9 Ausblick auf die Anwendung der HeliDist-Einheiten für die offshore Me-	
thanolrektifikation	166
11 Zusammenfassung und Ausblick	169
11.1 Zusammenfassung	169
11.2 Ausblick	171
A Mathematische Beschreibung	175
A.1 Senkrechte Helix und Helikoidflächen	175
A.2 Verkippte Helix und Helikoidflächen	176
B Gitterunabhängigkeitsstudie	179
C Untersuchungen zu den mit dem PBF-LB/M-System verarbeiteten Werk-	
stoffen	181
D Gaschromatographische Bestimmung der Zusammensetzung	183
E Weitere Darstellungen der HeliDist-Einheiten	185
E.1 1. Anschlussgeneration	185
E.2 2. Anschlussgeneration	186
E.3 3. Anschlussgeneration	188
F Ergänzende Abbildungen des Sinterverzugs aufgrund fehlender Abstützung	191
G Benetzungseigenschaften	193
G.1 Kontaktwinkelmessungen	193
G.2 Ergebnisse	193

H Temperaturverteilung der elektrischen Begleitbeheizung	195
I Anlagenfließschema kontinuierlicher Betrieb	197
J Schnittdarstellung der druckverlustoptimierten Anschlüsse	199
Abkürzungs- und Symbolverzeichnis	201
Abbildungsverzeichnis	211
Tabellenverzeichnis	225
Literaturverzeichnis	229

Diese Arbeit beschäftigt sich mit zwei Gesichtspunkten: Der Entwicklung von neuen, modularen, mikrostrukturierten Rektifikationsapparaturen und der Etablierung der additiven Fertigung (englisch: additive manufacturing, AM) für die Fertigung von mikroverfahrenstechnischen Apparaten. Im Folgenden werden die Beweggründe der Forschung und der Aufbau der Arbeit erläutert. Dieses Kapitel basiert auf den Veröffentlichungen des Autors [1–5].

1.1 Bedarf an neuen Konzepten für dezentrale, modulare, mikrostrukturierte Rektifikationsapparate

Der menschengemachte Klimawandel [6] erfordert es, die Energiewirtschaft neu zu denken [7]. So sind im Rahmen der Energiewende dezentralisierte Power-to-X-Anlagen zur Umwandlung von lokaler, überschüssiger, erneuerbarer, elektrischer Energie zusammen mit CO_2 , H_2O oder N_2 in leicht speicherbare chemische Energieträger ein wichtiger Baustein [7, 8].

Ein vielversprechendes Verfahren ist die Umwandlung von Wasserstoff und Kohlenmonoxid aus erneuerbaren Quellen in Kohlenwasserstoffe mittels der Fischer-Tropsch-Synthese oder der Methanol-Synthese [9, 10]. Die Mikroverfahrenstechnik zeigt sich dabei als Schlüssel für die Prozessintensivierung zu modularen containerbasierten Anlagen [11, 12], die inzwischen auch kommerziell vertrieben werden [8]. Diese mikroverfahrenstechnischen Reaktoren sind durch eine Vielzahl feiner interner Strömungskanäle gekennzeichnet. Durch sie wird der Wärme- und Stoffübergang quer zur Strömungsrichtung stark beschleunigt, was oft eine sprunghafte Verbesserung der Produktivität, eine höhere Selektivität oder beides ermöglicht und gleichzeitig eine bessere Kontrolle der Prozesse erlaubt [13]. Beiden Verfahren ist gemein, dass die Reaktionsprodukte noch veredelt und in geeigneten Schnitten (z. B. Kerosin, Diesel, Benzin etc. bzw. reines Methanol) aufgetrennt werden müssen, um Produkte zu liefern, die den Kraftstoffnormen entsprechen [14, 15].

Insbesondere die vergleichsweise geringen Produktionsmengen und der begrenzte Bauraum machen hier die Anwendung von etablierten konventionellen Trennapparaten schwierig. Während im Bereich der Reaktionstechnik, wie erwähnt, marktreife Konzepte entwickelt sind, sind mikrostrukturierte, modulare Trennapparate noch vergleichsweise wenig entwickelt [16]. Nichtsdestotrotz sind die Vorteile der Mikroverfahrenstechnik

hier auch gegeben und ermöglichen Potenziale zur Prozessintegration und lassen die Entwicklung vielversprechend erscheinen [17]. Aktuell bestehen noch Herausforderungen, insbesondere im Bereich des Wärmemanagements [18] und der Aufrechterhaltung der Zwei-Phasenströmung [16]. Diese müssen durch neuartige Apparate überwunden werden, um eine vollständig integrierte modulare Prozesskette zu realisieren.

1.2 Die additive Fertigung als Schlüssel zur effizienten Fertigung von modularen, mikrostrukturierten (Rektifikations-)Apparaten

Konventionell werden mikroverfahrenstechnische Apparate mit verhältnismäßig aufwendigen und teilweise teuren Methoden wie Ätzen, Fräsen, Diffusionsschweißen und Laserschweißen hergestellt [13, 19–21]. Bei diesen Verfahren ist die Gestaltungsfreiheit von Kanälen meist auf zwei Dimensionen mit vertretbarem Aufwand beschränkt. So wurden beispielsweise ebene Kanäle mit sinusförmigem Verlauf oder mit Strömungshindernissen, in Form von runden und rechteckigen Säulen, zur Erzeugung einer Sekundärströmung verwendet [22]. Zudem ist die Fertigung mehrstufig, was die Fertigungszeiten erhöht und Design-Test-Zyklen in der Entwicklung verlangsamt. Die Fortschritte in der AM eröffnen hier beträchtliche Potenziale, diese Hürden zu überwinden [23]. Komplexe Objekte können nun in wenigen Stunden bis Tagen hergestellt werden, je nach Design, Größe und verwendeter Technologie.

Ein entscheidender Vorteil der AM ist, dass der Fertigungsaufwand nur im geringen Maße von der Komplexität der Bauteile abhängig ist („complexity for free“ [24]). Die Fertigungszeit und -kosten sind hauptsächlich vom Volumen des Bauteiles getrieben [25, 26]. Dies ermöglicht es komplexe dreidimensionale (3D) Strukturen herzustellen, die durch das gewünschte (simulationsgetriebene) Strömungsfeld bestimmt werden. Die Apparate können somit als geometrische Lösung für das Strömungsproblem betrachtet werden und nicht mehr umgekehrt. Die hohe Flexibilität und werkzeuglose Fertigung ermöglicht es schnell testfähige Prototypen zu generieren und erlaubt so einen agilen Entwicklungsansatz [25].

In den letzten Jahren hat eine stetig wachsende Zahl wissenschaftlicher Veröffentlichungen über die Anwendungen von additiv gefertigte Apparaten im Labor- und Technikumsmaßstab die erfolgreiche Applikation der AM in der Verfahrenstechnik gezeigt [27–32]. Im Bereich der Wärmeübertragung wurden fraktale [33] und topologieoptimierte [34, 35] Strukturen untersucht. Neben der Wärmeübertragung als oft verwendetes Testbeispiel, sind die Vorteile der AM auch in anderen Bereichen der Verfahrenstechnik

genutzt worden. So wurden unter anderem Anwendungen in der heterogenen Katalyse [36] vorgeschlagen, z. B. additiv gefertigte, periodische, offenzellige Strukturen ("3D-gedruckte reguläre Schäume") als Trägerstrukturen für Katalysatoren [37, 38]. Durch die Verwendung einer metallischen Matrix als Träger wird eine ausgezeichnete Wärmeübertragung gewährleistet und gleichzeitig eine verbesserte Strömungsverteilung sowie ein niedriger Druckabfall erzielt [37, 38]. Die am Institut für Mikroverfahrenstechnik (IMVT) entwickelten dünnwandigen Strömungselemente (SLE) sind hier auch zu nennen [39]. Diese teilen als Einsätze in ein Rohr die Strömung in Teilströme auf und leiten diese Ströme zwischen der inneren und äußeren Rohrwand. Hierdurch wird eine stetige Erneuerung der laminaren Grenzschicht erzielt. Dieses Prinzip wurde für die Wärmeübertragung [39, 40], die Absorption [1] und als Katalysatorträger [41, 42] erfolgreich angewendet. Das Design der SLE ist für die Herstellung durch das pulverbettbasierten Schmelzen von Metallen mittels Laser (englisch: powder bed fusion of metals using a laser based system) kurz PBF-LB/M-Verfahren optimiert, was sich in geringen Wandstärken und einem kleinen Volumen der Elemente zeigt.

Eine äußerst vielversprechende Möglichkeit ist es, maßgeschneiderte dicht-poröse Strukturen in einem Fertigungsschritt herzustellen. Dies eröffnet neue und innovative Möglichkeiten für Apparate, die zuvor nicht realisierbar waren [43–46].

Im Bereich der Fluidverfahrenstechnik werden unter anderem additiv gefertigte optimierte Packungen oder sogar ganze Kolonnen für Rektifikations- und Absorptionsprozesse vorgeschlagen. Auf diese Konzepte wird in Kapitel 2 dezidiert eingegangen.

Diese Beispiele beweisen, dass die AM-Verfahren eine neue innovative Methode für die Fertigung mikroverfahrenstechnischer Apparate darstellt.

1.3 Ziel und Aufbau der Arbeit

Ziel

Aus den vorherigen Abschnitten ergibt sich ein Forschungsbedarf für modulare, mikrostrukturierte Rektifikationsapparaturen. Im Rahmen dieser Arbeit sollen nun neuartige Konzepte für solche Apparate entwickelt werden, in denen die Möglichkeiten der AM nutzen. Ein weiteres Ziel besteht darin, die Verwendung der AM als Fertigungsverfahren für mikroverfahrenstechnische Apparate zu etablieren.

Die detaillierten Ziele dieser Arbeit sind:

- Mit Hilfe der Literatur und theoretischen Überlegungen soll ein fertigbares Apparatkonzept für modulare Rektifikationsapparate entwickelt werden. Die Zielgrößen sind eine möglichst hohe Trennleistung bei möglichst geringem Volumen bzw. Höhe der Apparate.
- Entwicklung eines mathematischen Modells, das die simulationsgestützte Optimierung und Auslegung der Apparate erlaubt.
- Fertigung der Apparate mit dem PBF-LB/M- und Freistrah-Bindemittelauftrag auf Metalle (englisch: binder-jetting on metals) (BJT/M)-Verfahren. Hierfür werden auf die Verfahren abgestimmte Entwürfe entwickelt. Die Entwürfe werden hinsichtlich des Fertigungsaufwandes, der Fertigungsrestriktionen und Kosten verglichen.
- Verfahrenstechnische Charakterisierung der Apparate. Hierzu wird eine Testinfrastruktur zur verfahrenstechnischen Charakterisierung der Apparate aufgebaut. Das Augenmerk der Charakterisierung der Apparate liegt auf dem Wärmemanagement, der Trennleistung und dem Durchsatz.

Die Umsetzung der Ziele wird in den folgenden Kapiteln beschrieben.

Aufbau

Die Struktur der vorliegenden Arbeit folgt dem Entwicklungszyklus, der in Abbildung 1.1 schematisch dargestellt ist. In Kapitel 2 sind zunächst die Grundlagen der Rektifikation erläutert und auf Basis einer ausführlichen Literaturstudie wird das grundsätzliche Apparatkonzept hergeleitet. In den Kapiteln 3 und 4 werden mathematische Modelle für die Strömung und die Trennleistung aufgebaut. Mit den erzielten Ergebnissen werden die Anforderungen für die Konstruktion abgeleitet. Die Grundlagen für die detaillierte Konstruktion sind in Kapitel 6 und in Kapitel 7 gelegt. Diese umfassen die Gestaltungsrichtlinien für die verwendeten Verfahren sowie die Entwicklung von Parametern für gasdichte, dünne, überhängende Wände mit dem PBF-LB/M-Verfahren. In Kapitel 8 ist die Konstruktion beschrieben. Zudem präsentiert Kapitel 8 noch ein

Vergleich der Fertigungskosten und -zeiten der verschiedenen Entwürfe, um die Wirtschaftlichkeit der Herstellmethoden zu evaluieren. Kapitel 9 beschreibt die verwendete Versuchsinfrastruktur sowie die Versuchsplanung und -auswertung. In Kapitel 10 sind die Ergebnisse der experimentellen Charakterisierung der verschiedenen Apparate dargestellt und sind zudem mit den Ergebnissen der Modellierung verglichen. Abschließend sind die Ergebnisse in Kapitel 11 zusammengefasst und es wird ein Ausblick auf weitergehende Forschungsfragen gegeben. Die umfangreichen Kapitel sind jeweils am Ende kurz zusammengefasst.

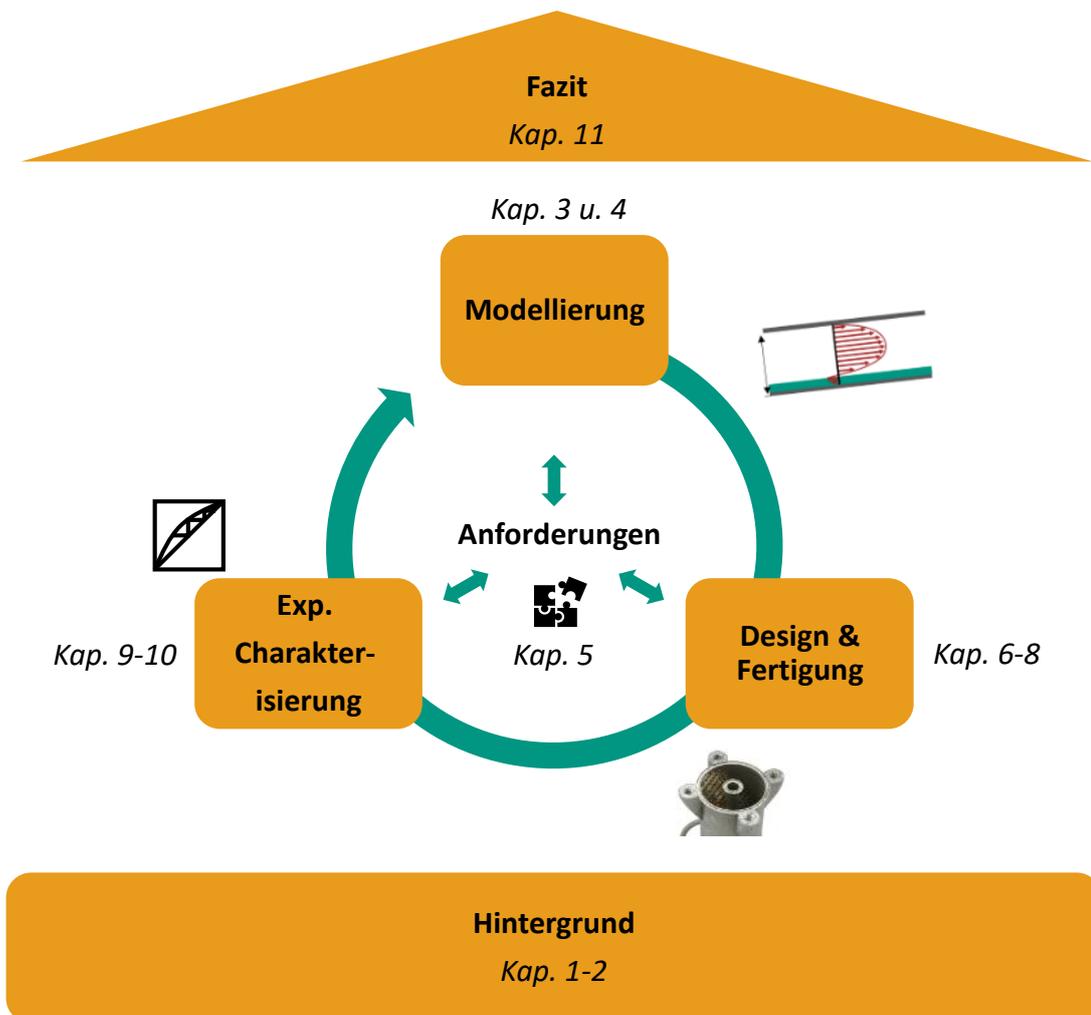


Abb. 1.1: Aufbau der vorliegenden Arbeit.

Vom Verfasser initiierte und betreute studentische Arbeiten

Im Rahmen der Tätigkeit am IMVT zur Anfertigung dieser Arbeit wurden elf studentische Abschlussarbeiten vom Verfasser initiiert und betreut. Diese Arbeiten befassen sich mit einzelnen Aspekten der Entwicklung und Charakterisierung. Daher werden einige Ergebnisse aus diesen in dieser Arbeit wiedergegeben und verwendet.

1. Philippe Kohlstrung: „Untersuchung und Charakterisierung neuartiger, additiv gefertigter Mikrostrukturen zur Prozessintensivierung von Destillationsprozessen“, Masterarbeit, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik (CIW), 2020.
2. Darío Joshua Barragán Núñez: „Model-based development of additive manufacturable helical structures for distillation using MATLAB®“, Bachelorarbeit, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik (CIW), 2020.
3. Vincent Pardon: „Entwicklung additiv gefertigter modularer mikrostrukturierter Rektifikationsapparaturen – Modellierung der Trennleistung durch hydrodynamische Analogie“, Masterarbeit, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik (CIW), 2020.
4. Sören Dübal: „Entwicklung additiv gefertigter modularer mikrostrukturierter Rektifikationsapparaturen – Experimentelle Charakterisierung und Optimierung“, Bachelorarbeit, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik (CIW), 2021.
5. Alberto Filippo Ceravolo: „Development of Additively Manufactured Modular Microstructured Rectification Apparatuses Model-Based Design Using Matlab®“, Bachelorarbeit, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik (CIW), 2021.
6. Chen-Mei Chiu: „Development of additive manufactured modular microstructured rectification apparatuses – Experimental characterization of different modules“, Bachelorarbeit, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik (CIW), 2021.
7. Suraj Prasad: „Design, development and optimization of microdistillation apparatus by using additive manufacturing“, Masterarbeit, Sapienza – Università di Roma, Dipartimento di Ingegneria Meccanica e Aerospaziale, 2021.
8. Jan Erik Heinrich: „Entwicklung additiv gefertigter, modularer, mikrostrukturierter Rektifikationsapparaturen — Validierung und Weiterentwicklung eines Modells der hydrodynamischen Analogie in Matlab“, Bachelorarbeit, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik (CIW), 2021.
9. Verena Kernebeck: „Entwicklung additiv gefertigter modularer mikrostrukturierter Rektifikationsapparaturen - Modellgestützte Optimierung der Trennleistung mittels hydrodynamischer Analogie in Matlab®“, Masterarbeit, Karlsruher Institut für

Technologie (KIT), Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik (CIW), 2021.

10. Jannik Betz: „Entwicklung additiv gefertigter modularer mikrostrukturierter Rektifikationsapparaturen – Einfluss der Wärmeverluste“, Bachelorarbeit, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik (CIW), 2021.
11. Anna Reuter: „Entwicklung additiv gefertigter modularer mikrostrukturierter Rektifikationsapparaturen - Design und Fertigungsoptimierung“, Masterarbeit, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik (CIW), 2022.

Eine Bemerkung zu Einheiten und Begrifflichkeiten

Als mikroverfahrenstechnisch bzw. mikrostrukturiert werden entsprechend der DIN ISO 10991 [47] Apparate mit inneren charakteristischen Dimensionen bis zu wenigen Millimetern bezeichnet. Eine Einteilung zwischen Milli- und Mikroverfahrenstechnik erfolgt daher nicht. Die Verfahrensbezeichnungen der AM-Verfahren orientiert sich an der DIN EN ISO/ASTM 52900 [48], wobei auf die genaue Werkstoffspezifikation in der Bezeichnung verzichtet wird. Für physikalische Größen wird das internationale Einheitensystem (Système international d'unités (SI)) verwendet. Wenn nicht ausdrücklich anders angegeben, müssen alle Gleichungen mit SI-Einheiten berechnet werden, um korrekte Ergebnisse zu erhalten. Dennoch werden Zahlenwerte oft in gebräuchlicheren Einheiten und Größenordnungen angegeben, wie z. B. mm statt m. Des Weiteren werden bei Angabe von Betriebsbedingungen oder Ergebnissen die Nicht-SI-Einheiten °C und bar für die Temperatur und den Druck verwendet, um den üblichen Gewohnheiten in der Fluidverfahrenstechnik zu folgen. Die Rechnung von °C und bar in die SI-Einheiten K und Pa erfolgt über den Zusammenhang $0\text{ °C} = 273,15\text{ K}$, $\Delta T/\text{°C} = \Delta T/\text{K}$ und $1\text{ bar} = 1 \cdot 10^5\text{ Pa}$. Weiterhin wird eine Temperatur von 273,15 K und ein Druck von 1 bar als Standardbedingungen (STP) verwendet (nach der International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC)).

Das folgende Kapitel führt kurz in die Grundlagen der Destillation und Rektifikation am Beispiel der Auftrennung eines idealen binären Gemisches ein. Für nicht ideale binäre oder Mehrkomponentengemische sei auf die entsprechende Fachliteratur verwiesen [49, 50]. Daneben wird ein Überblick – ohne Anspruch auf Vollständigkeit – über die verschiedenen in der Literatur beschriebenen Konzepte für kleinskalige (mikrostrukturierte) Destillations- und Rektifikationsapparate gegeben. Der Fokus liegt dabei auf Entwicklungen, die mit Hilfe der additiven Fertigung möglich werden. Abschließend wird der Vergleich der verschiedenen Konzepte hinsichtlich der erreichten Trennleistung und des Durchsatzes dargestellt, anhand dessen das im weiteren Verlauf der Arbeit verfolgte Konzept ausgewählt wurde.

2.1 Grundlagen der Rektifikation

Das Trennprinzip der Destillation und Rektifikation basiert auf der unterschiedlichen Flüchtigkeit aufgrund verschiedener Dampfdrücke der Komponenten des zu trennenden Gemisches. Nach dem Gesetz von Raoult-Dalton ergibt sich für die Gleichgewichtszusammensetzung y_A^* der Gasphase eines binären Gemisches die Gleichung 2.1:

$$y_A^* = \frac{p_A^0(T) \cdot x_A}{p_A^0(T) \cdot x_A + p_B^0(T) \cdot (1 - x_A)} \quad (2.1)$$

mit der molaren Zusammensetzung der Flüssigkeit von x_A und den Dampfdrücken von $p_A^0(T)$ und $p_B^0(T)$ der reinen Komponenten A und B [50]. Der Dampfdruck ist dabei eine starke Funktion der Temperatur. Daher wird typischerweise stattdessen das Verhältnis der Dampfdrücke, die sogenannte relative Flüchtigkeit $\alpha_{A,B}$, nach Gleichung 2.2 für die Berechnung verwendet:

$$\alpha_{A,B} = \frac{p_A^0(T)}{p_B^0(T)} \quad (2.2)$$

Bei der einfachen Destillation wird das Gemisch teilweise verdampft und die Dampfphase abgezogen und kondensiert. Die Trennleistung ist dadurch auf das thermodynamische Gleichgewicht nach Gleichung 2.1 beschränkt. Bei der Rektifikation wird der Dampf mit einem Teil des Kondensats im Gegenstrom geführt und so der Stoffaustausch erhöht. Eine solche Rektifikationsapparatur ist als Fließdiagramm in Abbildung 2.1 dargestellt. Das Verhältnis von Kopfprodukt \dot{N}_{KP} zu zurückgeführtem Strom \dot{N}_{KS} wird über das Rücklaufverhältnis v beschrieben (vgl. Gleichung 2.3 und Abbildung 2.1).

$$v = \frac{\dot{N}_{KS}}{\dot{N}_{KP}} \quad (2.3)$$

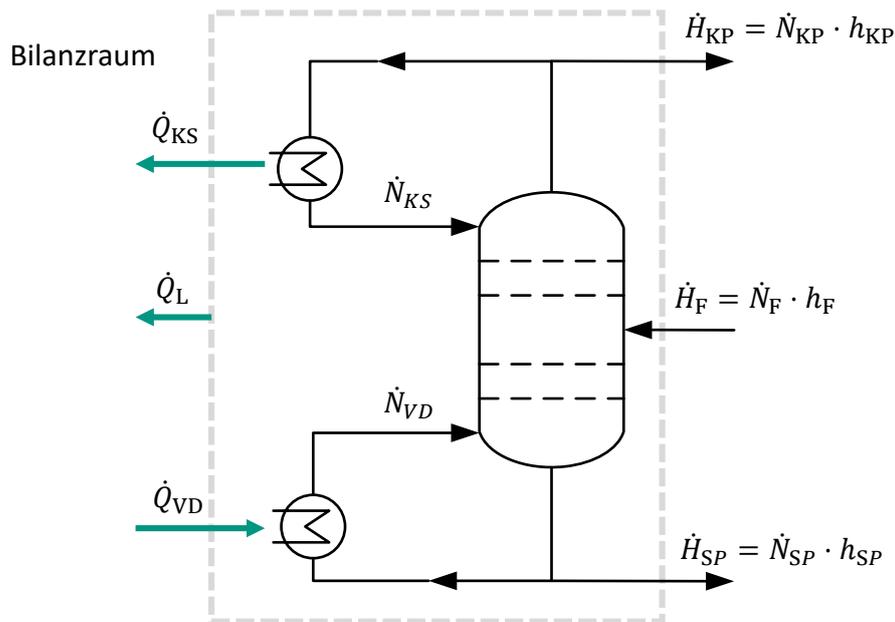


Abb. 2.1: Schematische Darstellung einer Rektifikationsapparatur als Fließdiagramm mit dem Bilanzraum I. Der Feedstrom \dot{N}_F wird dabei in den Kopf- und Sumpfproduktstrom \dot{N}_{SP} und \dot{N}_{KP} aufgetrennt. Ein Teil des aus der Kolonne austretenden Dampfstroms wird dabei als Rücklauf \dot{N}_{KS} zurückgeführt. Durch die Stoffströme werden die Enthalpieströme $\dot{H}_F = \dot{N}_F \cdot h_F$, $\dot{H}_K = \dot{N}_K \cdot h_K$ und $\dot{H}_{VD} = \dot{N}_{VD} \cdot h_{VD}$ in bzw. aus dem Bilanzraum transportiert. \dot{Q}_{VD} und \dot{Q}_{KS} beschreiben dabei die Wärmeströme im Verdampfer und Kopfkondensator. Über die Kolonne können Wärmeverluste von \dot{Q}_L auftreten.

Durch die Rektifikation kann die Trennleistung und die energetische Effizienz deutlich im Vergleich zur einfachen Destillation gesteigert werden. Die Rektifikation entspricht prinzipiell der Hintereinanderschaltung mehrerer einstufiger Destillationsschritte. Aus dieser Überlegung ergibt sich das Konzept der Anzahl an theoretischen Trennstufen. Hierbei wird angenommen, dass die Rektifikationskolonne aus n_{theo} hintereinander geschalteter Gleichgewichtsstufen besteht. Dabei strömt der Dampf in die Stufe darüber und das Kondensat strömt in die Stufe darunter (vgl. auch Abbildung 2.2 rechts). Graphisch kann dies im x - y -Diagramm durch das Einzeichnen einer Stufe dargestellt werden (McCabe-Thiele-Methode). In Abbildung 2.2 ist dies für den Fall von drei Stufen bei totalem Rücklauf ($v = \infty$) beispielhaft illustriert. In diesem Fall ergibt die Bilanzierung der Kolonne eine Arbeitsgerade, die mit der Diagonalen zusammenfällt.

Bei einem Rücklaufverhältnis $v \neq \infty$ mit Produktzufuhr und -abfuhr ergeben die Bilanzen um die Kolonne über („Auftrieb“) und unter dem Feedeinlass („Abtrieb“) die sogenannten Betriebsgeraden im x - y -Diagramm, wie in Abbildung 2.3 dargestellt. Für Auftriebsgerade (in Orange in Abbildung 2.3) resultiert daraus:

$$y = \frac{v}{v+1} \cdot x + \frac{1}{v+1} \cdot x_{KP} \quad (2.4)$$

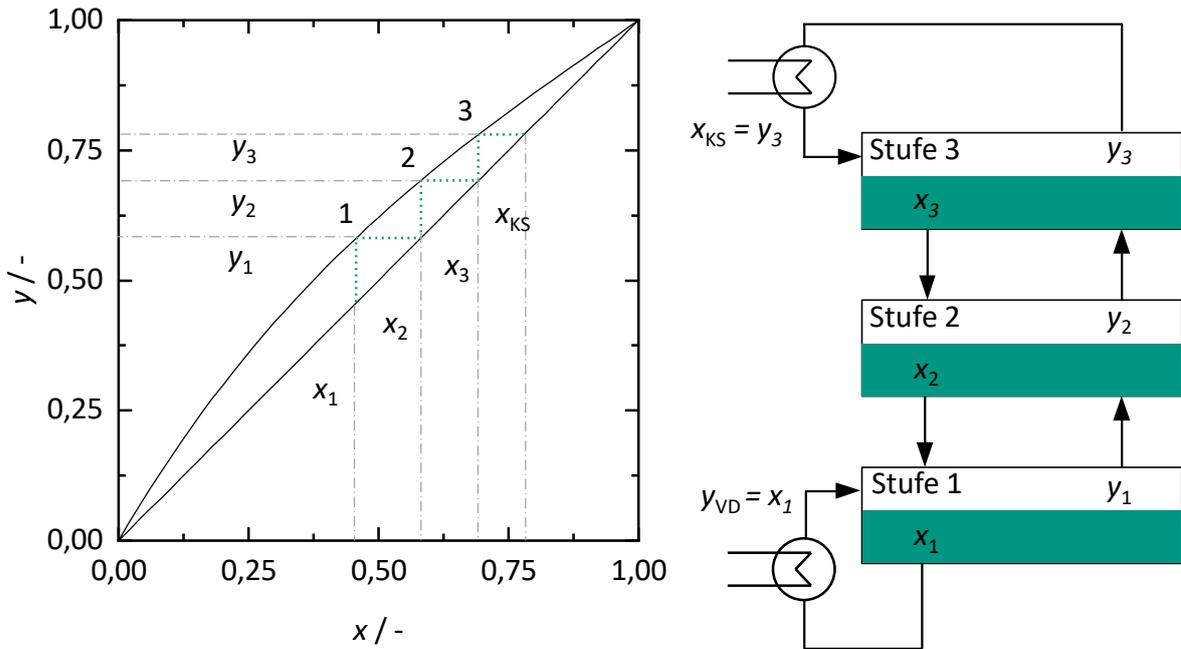


Abb. 2.2: McCabe-Thiele-Diagramm für den Fall von drei theoretischen Trennstufen bei unendlichem Rücklaufverhältnis. Links: Schematische Darstellung des Ersatzsystems aus drei hintereinander geschalteten Gleichgewichtsstufen.

und für die Abtriebsgerade (in Rot in Abbildung 2.3)

$$y = \frac{v_S}{v_S + 1} \cdot x + \frac{1}{v + 1} \cdot x_{SP} \quad (2.5)$$

mit dem Rücklaufverhältnis

$$v_S = \frac{\dot{N}_{SP}}{\dot{N}_{VD}} \quad (2.6)$$

im Sumpf der Kolonne.

Diese Geraden liegen zwischen der Gleichgewichtslinie und der Diagonalen. Der Schnittpunkt der Geraden wird über den kalorischen Zustand (überhitzt, flüssig siedend, unterkühlt) des zugeführten Produkts bestimmt. Durch Einzeichnen der Stufen zwischen dieser Abtriebs- und Auftriebsgeraden und der Gleichgewichtslinie kann so die Anzahl der benötigten theoretischen Trennstufen für den Fall eines kontinuierlichen Betriebs mit endlichem Rücklaufverhältnis ermittelt werden. Die Anzahl der benötigten theoretischen Trennstufen ist in diesem Fall höher [50–52].

Neben der graphischen Methode kann die Anzahl der Stufen auch über die gewünschte bzw. erzielte Zusammensetzung am Kopf bzw. Sumpf der Kolonne mittels der Fenske-Gleichung berechnet werden.

$$n_{\text{theo}} = \frac{1}{\log \alpha_m} \cdot \log \frac{x_{A,K}}{1 - x_{A,K}} \cdot \frac{1 - x_{A,S}}{x_{A,S}} \quad (2.7)$$

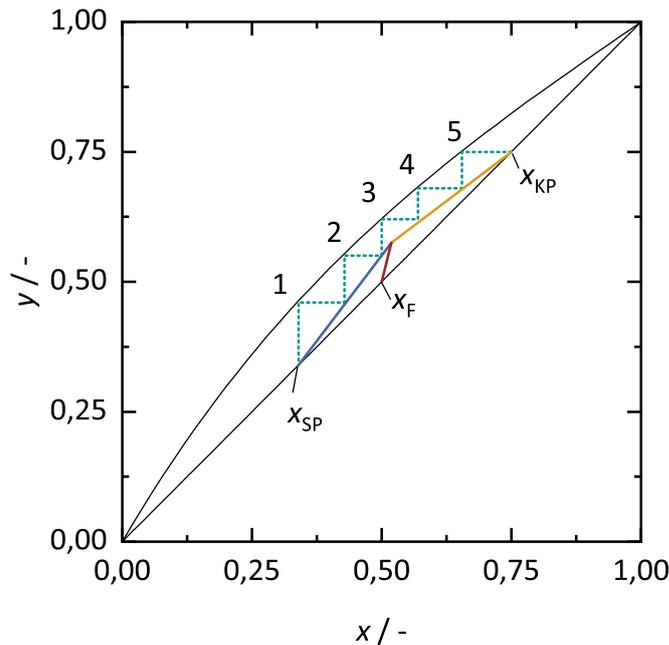


Abb. 2.3: McCabe-Thiele-Diagramm für den Fall von 5 theoretischen Trennstufen bei Rücklaufverhältnis $v \neq \infty$. In Orange bzw. Blau ist die sogenannte Auftriebsgerade bzw. Abtriebsgerade dargestellt. In Rot die Feedgerade zum Schnittpunkt der Geraden. Die Zufuhr ist dabei unterkühlt.

Typischerweise wird das geometrische Mittel für α_m aus den Werten am Kopf α_K und Sumpf α_{VD} verwendet:

$$\alpha_m = \sqrt{\alpha_{VD} \cdot \alpha_K} \quad (2.8)$$

Der Fall unendliches Rücklaufverhältnis entspricht dem Grenzfall für die wenigsten zur Erfüllung einer Trennaufgabe benötigten theoretischen Stufen. Da kein Produkt abgenommen werden kann, dient dieser Wert zur Charakterisierung der Eigenschaften einer Rektifikationsapparatur. Bei Bodenkolonnen kann ein Bodenkörperwirkungsgrad, der die Anzahl an praktischen Stufen ins Verhältnis zur Zahl der theoretischen Stufen setzt, berechnet werden. Bei Füllkörper- und Packungskolonnen kann die notwendige Höhe H_{Pack} bzw. Länge bei anderer Ausrichtung der Einbauten (vgl. auch folgender Abschnitt) einer Kolonne über die Trennstufenhöhe (englisch: height equivalent to one theoretical plate) (HETP) nach Gleichung 2.9 bestimmt werden.

$$HETP = \frac{H_{Pack}}{n_{theo}} \quad (2.9)$$

Eine weitere wichtige Größe für die Auslegung ist die Gasbelastung, die durch den F -Faktor der nach 2.10 aus dem Produkt der Leerrohrgasgeschwindigkeit $v_{g,0}$ und der Wurzel der Gasdichte ρ_g definiert ist [51, 53]:

$$F = v_{g,0} \cdot \sqrt{\rho_g} \quad (2.10)$$

Die Trennleistungen kommerzieller Packungen sind typischerweise in Abhängigkeit des F -Faktor angegeben [54]. Daneben ist der Flutpunkt, d. h. die Gasbelastung, bei dem die Flüssigkeit mitgerissen wird, von entscheidender Bedeutung für den stabilen Betrieb von Rektifikationsapparaturen [51, 53].

2.1.1 Bilanzgleichungen

Im Folgenden werden die wichtigsten Bilanzgleichungen, die im Rahmen der Arbeit betrachtet werden, vorgestellt. Eine Stoffbilanz um die gesamte Kolonne (vgl. auch Abbildung 2.1) ergibt die Gleichung 2.11 und 2.12 für die Komponenten und die Gesamtmenge.

$$\dot{N}_F = \dot{N}_{KP} + \dot{N}_{SP} \quad (2.11)$$

$$\dot{N}_{F,i} = \dot{N}_{KP,i} + \dot{N}_{SP,i} \quad (2.12)$$

Die Energiebilanz ergibt Gleichung 2.13:

$$\dot{H}_F + \dot{Q}_{VD} = \dot{H}_{KP} + \dot{H}_{SP} + \dot{Q}_K + \dot{Q}_L. \quad (2.13)$$

Die Stoff- und Wärmebilanzen können entsprechend auch um die einzelnen Gleichgewichtsstufen gebildet werden. Mit der Gleichgewichtsbedingung aus Gleichung 2.1, die die Schließbedingung für die Stoffanteile einschließt, ergeben die Gleichungen die sogenannten MESH-Gleichungen (für englisch: material balance - equilibrium conditions - summation conditions - heat balance) (MESH). Typischerweise wird dabei angenommen, dass die Kolonne ideal adiabat betrieben wird ($\dot{Q}_L = 0 \text{ W}$) und die molaren Verdampfungsenthalpien der einzelnen Komponenten gleich sind. Mit diesen Annahmen kann auf die Lösung der Energiebilanz verzichtet werden.

2.2 Apparative Konzepte für die (kleinskalige) Destillation

Im Folgenden wird ein Überblick über den Stand der Technik für die apparative Umsetzung der (kleinskaligen) Destillation bzw. Rektifikation gegeben. Die (Mikro-)Apparate werden dabei nach der Orientierung der Hauptströmungsrichtung im Raum eingeteilt und beschrieben. In Tabelle 2.1 sind die grundlegenden Prinzipien vergleichend dargestellt.

Tab. 2.1: Vergleich der unterschiedlichen Konzepte für konventionelle und mikrostrukturierte Destillations- und Rektifikationsapparaturen. Tabelle zitiert aus Ziogas et al. [55] (©2011 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim) und vergleichend erweitert um helikale Mikrodestillationsapparate. Detaillierte Beschreibung nachfolgend in Abschnitt 2.2.1 für die vertikale Ausrichtung von konventionellen und Mikrorektifikationsapparaturen, in Abschnitt 2.2.2 für die horizontale und in Abschnitt 2.2.3 für die helikale Ausrichtung. Gestrichelte Linien zeigen die hauptsächliche Strömungsrichtung in porösen Medien an.

	Konventionelle Rektifikation	Mikrodestillation		
	Vertikal	Horizontal	Vertikal	Helikal
Ausrichtung				
Wirkende Kräfte	Gravitation > Kapillarkräfte	Kapillarkräfte	Gravitation und Kapillarkräfte	Gravitation, Zentrifugal- und Kapillarkräfte
Stofftransport	Konvektion	Diffusion	Diffusion, Konvektion	Diffusion, Konvektion
Spezifische Phasengrenzfläche	klein	groß	groß	groß
Durchsatz	groß	sehr klein	klein	klein

2.2.1 Vertikale Strömungsführung

Die vertikale Ausrichtung entlang der Gravitation ist die typische Ausrichtung für konventionelle wie auch für mikrostrukturierte Rektifikationsapparaturen.

Konventionelle Kolonneneinbauten

Für großtechnische Anlagen haben sich drei grundlegende Konzepte als Einbauten für Kolonnen bewährt, bei denen die Phasentrennung durch die Gravitation geschieht [49, 50]:

- Sieb- und Ventilböden
- Füllkörperschüttungen
- regelmäßig strukturierte Packungen

Sieb- und Ventilböden bestehen aus einzelnen Stufen, auf denen die Flüssigkeit aufgestaut wird. Durch Öffnungen bzw. Ventile strömt dann der Brüden von unten durch die Flüssigkeit und wird so fein dispergiert für eine möglichst hohe Stoffaustauschfläche. In ungeordneten Füllkörperkolonnen erfolgt der Stoffaustausch dagegen stetig. Die Kolonne ist dabei mit einer Schüttung aus Füllkörpern gefüllt. Sie zeichnet sich durch niedrige Kosten und einer guten Trennleistung bei hohen Flüssigkeitsbelastungen aus. Regelmäßige Packungen erreichen einen geringeren Druckverlust und höhere Trennleistungen aufgrund der geordneten Anordnung. Bezüglich der genauen Ausgestaltung dieser drei Typen sei auf die entsprechende Literatur verwiesen [49]. Die erreichten Werte sind typischerweise für großtechnische Anlagen im Bereich von 2 bis 4 Trennstufen pro Meter [54, 56].

Grundsätzlich bieten die neuen AM-Fertigungsmöglichkeiten auch Potential für die Entwicklung und Herstellung von Einbauten für solche (Rektifikations-)Kolonnen. Von Bolton et al. wurden basierend auf einer parametrisierten Einheitszelle verschiedene additiv gefertigte Packungsdesigns für die Absorption von CO₂ vorgeschlagen [57]. Eine Möglichkeit, die sich durch die AM ergibt, ist die Fertigung von Formen die simulationsgestützt optimiert wurden. Aufgrund der Komplexität des Prozesses für die numerische Simulation (CFD) [58] beschränken sich die bisherigen Optimierungsschritte auf die Simulation der benetzten Fläche und des Druckverlustes. So wurde von Neukäufer et al. eine simulative Parameterstudie zum Druckverlust und der Benetzung von additiv gefertigten Packungselementen durchgeführt [59]. In Sun et al. wurde eine Packung mit gewundenen Kanälen hinsichtlich des Druckverlustes optimiert und mittels der additiven Fertigung hergestellt [60].

Grundsätzlich können diese drei Konzepte für großtechnische Apparate auch für kleinere Anlagen skaliert werden. So werden z. B. regelmäßig strukturierte Laborpakungen bis zu einem Durchmesser von 20 mm kommerziell vertrieben und zeigen bei kleinen Gasbelastungen niedrige HETP-Werte von bis zu ca. 20 mm [54]. Dabei ist zu berücksichtigen, dass mit zunehmender Verkleinerung Effekte, wie die Ungleichverteilung (insbesondere Randgängigkeiten), Wärmeverluste und das höhere Wand-zu-Packungsoberflächen-Verhältnis immer mehr Einfluss auf die erzielte Trennleistung nehmen. Dadurch wird auch der

reproduzierbare Betrieb erschwert. Daher werden grundsätzlich Kolonnendurchmesser von mindestens 50 mm empfohlen [61]. Neukäuffer et al. [62–64] entwickelten eine additiv gefertigte Packung für Scale-up Versuche in einer DN20-Kolonnen. Ziel ist dabei eine möglichst stabile Trennleistung über einen weiten Betriebsbereich zu erzielen, um so verlässliche Daten für die Auslegung von Kolonnen zu bekommen.

Mikrodestillationsapparate

Ähnlich den etablierten Konzepten mit einer hauptsächlich gravitationsgetriebenen Flüssigkeitsströmung in vertikaler Richtung wurden auch vielfältige Mikrodestillationsapparate in der Literatur vorgeschlagen. Hampe et al. stellten 1999 am Beispiel einer mikrostrukturierten Ringspaltkolonne elementare Voraussetzungen für einen solchen Apparat vor [65]. Ein entscheidendes Element ist hierbei die Gewährleistung eines stabilen Films durch mikrostrukturierte oder beschichtete Oberflächen. Andererseits stellt die Wärmeleitung im Apparat eine große Herausforderung dar. Die Trennung erfordert einen Temperaturgradient in vertikaler Richtung der Kolonne. Durch die kleinen Ströme kann dieser jedoch stark von der Wärmeleitung im Apparat beeinflusst werden, da diese dem Gradienten entgegenwirkt.

Wiesegger et al. entwarfen einen Apparat auf Basis des Mikrofallfilmprinzips, der sinusförmige Gaskanäle verwendet, um Sekundärwirbel zu erzeugen und den gasseitigen Stofftransport hierdurch zu erhöhen [66]. Es zeigte sich, dass das Prinzip grundsätzlich funktioniert aber die experimentelle Versuchsführung herausfordernd ist. Tonkovich et al. beschrieben unter anderem in einem Patent eine Fallfilm-Rektifikationsapparatur, bei der in einem porösen Metallgewebe die Flüssigkeit über die Kapillarkraft gehalten wird [67, 68]. Die Dicke dieser Schicht soll dabei nur im Bereich von hundert bis wenigen hundert Mikrometern liegen. Die HETP-Werte sind dabei inkonsistent angegeben und liegen zwischen 8,3 mm [67] bzw. 12,7 mm anderen Angaben folgend [55, 68]. Von Ziogas et al. wurde ein anderes Konzept in einem Mikrospace vorgestellt [55, 69]. Es handelt sich um eine Siebbodenkolonne, die sich in einem 5 mm tiefen Spalt zwischen einer Glasabdeckung und einer elektrisch temperierbaren Rückwand befindet (vgl. Abbildung 2.4). Im Betrieb bildet sich dabei eine Sprudelschicht, die der in „großen“ Bodenkolonnen ähnelt. Die Trennleistung erreichte HETP-Werte von 10,8 mm. An dieser Stelle soll insbesondere der enorme Fertigungsaufwand für solche Apparate hervorgehoben werden. Die Vielzahl an Teilen wird auch in der Explosionsdarstellung in Abbildung 2.4 deutlich.

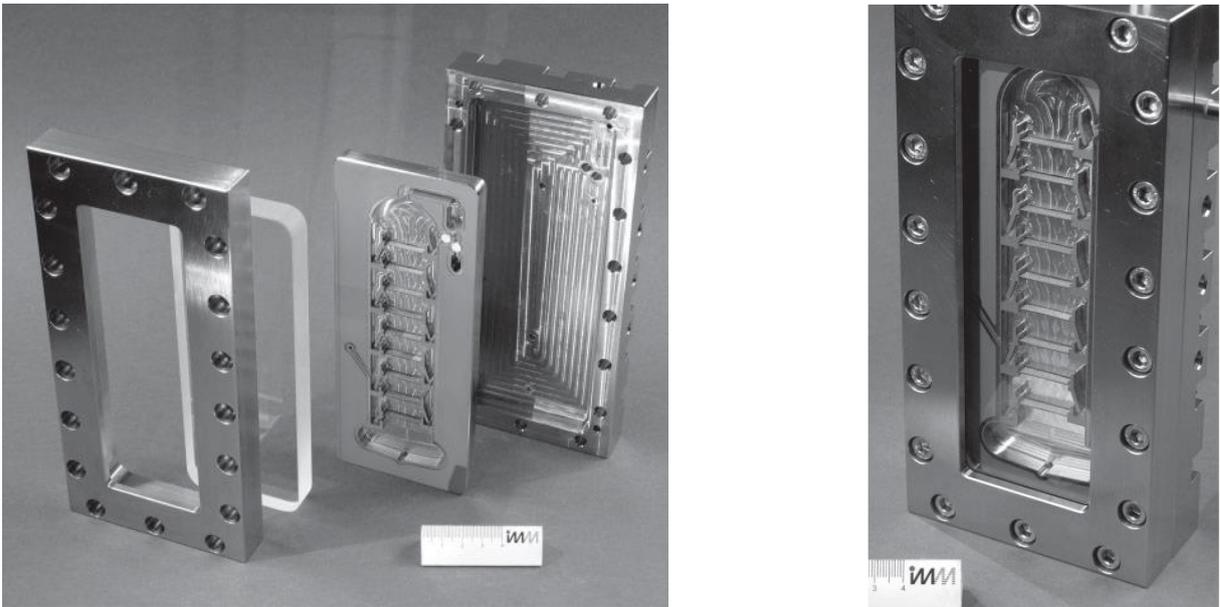


Abb. 2.4: Fotografische Explosionsdarstellung (links) der Hauptkomponenten der Mikrorektifikationsapparatur von Ziogas et al. [55]. Das gefräste 10 mm Mittelelement (im Detail rechts dargestellt) zeigt deutlich die Konturen einer konventionellen Siebbodenkolonne. Im unteren Bereich wird der Rücklauf verdampft, steigt durch die porösen Böden auf und bildet eine Sprudelschicht. Im oberen Teil wird der Dampf kondensiert und über ein Ventil entsprechend des Rücklaufverhältnisses zurückgeführt. Die Abbildung verdeutlicht auch gleichzeitig den immensen Fertigungsaufwand. Abbildungen aus [55] entnommen ©2011 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.

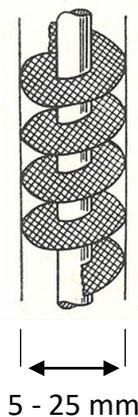
2.2.2 Mikrodestillationsapparate mit horizontaler Strömungsrichtung

Bei der sogenannten horizontalen Destillation [70] bzw. auch „Zero Gravity Destillation“ [71–73] ist der Apparat entgegen den typischen Rektifikationsapparaturen horizontal ausgerichtet und die Schwerkraft wird nicht als Triebkraft genutzt. Zum Transport der zwei Phasen wird das sogenannte „Heat-Pipe“-Prinzip [74, 75] verwendet. Dies ermöglicht im Vergleich zum konventionellen senkrechten Aufbau längere Verweilzeiten. Dazu wird ein Teil des Apparates erwärmt, sodass die flüssige Phase teilweise verdampft. Am anderen Ende wird der Apparat auf eine geringere Temperatur temperiert, sodass der Dampf dort kondensiert. Das Kondensat wird dabei in einem porösen Körper zurückgeführt, dadurch wird die Phasentrennung durch die Kapillarkraft gewährleistet. Dabei kann es sich um z. B. engmaschiges Gewebe [71, 76] oder Sintermetall [16, 77] handeln. Die Triebkraft für den Transport der flüssigen Phase wird entweder durch eine geringe hydrostatische Druckdifferenz oder allein durch den Kapillardruck erreicht. Es wurden HETP-Werte im Bereich von 12 mm bis 70 mm erzielt [16, 76, 78]. Die erzielten Durchsätze sind bei allen vorgestellten Apparaten vergleichsweise klein. Daneben ist die Temperaturführung schwierig. Dies ist auf das große Oberflächen- zu Volumenverhältnis in den kleinen Apparaten zurückzuführen. Sundberg et al. berichten von Problemen

durch den Wärmeverlust im Betrieb der horizontalen Destillationseinheit [16]. Die Wärmeverluste an die Umgebung waren so groß, dass es zu einem Cold-Spot in der Mitte des Apparates kam und es zu einem Einbruch der Gasströmung kam. Die Verwendung von Kupfer anstatt Edelstahl reduzierte den Effekt durch die bessere Wärmeleitung von den beheizten Zonen in die Mitte des Apparats. Statt poröser Substrate können auch Membranen und beschichtete Mikrosiebe verwendet werden, die eine definierte Phasengrenzfläche erzeugen [79–84]. Diese erlauben kleinere Kanalhöhen und eine Zwangsförderung, sodass Kanalhöhen im Bereich kleiner 100 μm erzielbar sind [81]. Aufgrund der geringen Filmhöhen und Kanaldimensionen und der daraus resultierenden guten Wärmeleitung ist die Aufrechterhaltung des Temperaturgradienten zwischen den Phasen für die Anwendung der Rektifikation entsprechend kritisch [84]. So muss eine Kondensation im Gaskanal bzw. ein Verdampfen im Flüssigkeitskanal vermieden werden, um einen stabilen Betrieb zu gewährleisten [84].

2.2.3 Rektifikationsapparaturen mit helikaler Strömungsführung

Lecky und Ewell



„HeliGrid“

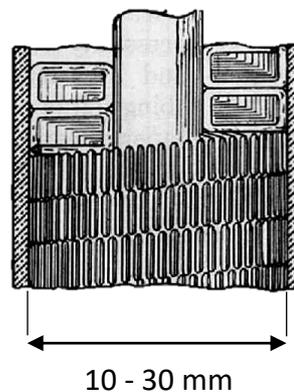


Abb. 2.5: Skizzen der Laborpackungseinbauten von Lecky und Ewell [85] (links) und Podbielniak [86] (rechts). Links: Adaptierter Nachdruck aus [87] ©1982 mit Genehmigung von Elsevier. Rechts: Adaptierter Nachdruck aus [86] ©1941 American Chemical Society.

Ein vielversprechendes Konzept zwischen der horizontalen und der vertikalen Destillation ist die helikale Strömungsführung. Insbesondere bei kleinen Steigungen kann der Weg pro Höhe durch die Aufwicklung deutlich verlängert werden. Gleichzeitig nimmt der effektive in Strömungsrichtung wirkende Anteil der Gravitation ab. Für analytische Zwecke wurden spiralförmige Einbauten in Glasdestillationsapparaturen schon ab Anfang

der 1940er-Jahre in der Literatur mit hohen Trennleistungen bei gleichzeitig geringem Flüssigkeits-Hold-Up beschrieben [85, 86, 88].

Von Lecky und Ewell [85] wurde ein Nickeldrahtgewebe, wie in Abbildung 2.5 links dargestellt, um einen inneren Glasstab gewickelt. Dazu wurden zuerst aus dem Drahtgewebe Kreisringe ausgestanzt, radial eingeschnitten und zu einer zusammenhängenden Spirale verschweißt. Diese wurde dann mittels eines festen - auch spiralförmigen - Stützdrahtes, der anschließend entfernt wurde, in ein Glasrohr eingefügt. Um die Randgängigkeit zu verringern, wurden die Kanten vor dem Verschweißen noch durch Prägen im 45°-Winkel angewinkelt. Bei einem Spiraldurchmesser von außen 19 mm und innen 6 mm und einer Kanalhöhe von etwa 4 mm wurden HETP-Werte von relativ konstanten 17 cm für Rückflussmengen von 200 mL h⁻¹ bis 600 mL h⁻¹ mit dem Testgemisch n-Heptan/Methylcyclohexan (C7/C7) erzielt.

Von Podbielniak [86] wurde eine verbesserte Konstruktion, die in Abbildung 2.5 rechts dargestellt ist, präsentiert. Draht wurde für die Packung rechteckförmig mit einem Abstand von ca. 0,25 mm zwischen den Windungen aufgewickelt und schraubenförmig um einen Innenstab gewickelt [86]. Ähnlich dem Gewebe von Lecky und Ewell soll so die Flüssigkeit über die Kapillarkraft in einem dünnen Film gehalten werden. Die erreichten Trennleistungen waren noch höher mit HETP-Werten von 1 cm bis 2 cm je nach Durchmesser der Kolonne, bei Belastungen von 200 mL h⁻¹ bis 600 mL h⁻¹ mit demselben Testgemisch. Genauere Angaben zur Anzahl der Spiralwindungen und Kanalabmessungen fehlen aber, bis auf die Angabe, dass bei Variation des Durchmessers die Querschnittsfläche des rechteckigen Kanals konstant gehalten wurde. Von Krell [88] wurden noch Werte für höhere Flüssigkeitsbelastungen bis hin zu 2 L h⁻¹ für eine Kolonne mit einem Durchmesser von 20 mm angegeben. Jedoch fehlen auch hier nähere Angaben zur Kanalgeometrie, wie auch zu dem verwendeten Testsystem, da diese Daten auch nicht aus der Primärquelle [86] zu stammen scheinen.

Beiden Packungselementen ist gemein, dass die Herstellung sehr aufwendig ist und als entscheidender Nachteil angesehen wurde. Um die Herstellung zu vereinfachen, wurden daher weitere einfachere Konstruktionen aus Gewebe und Draht davon abgeleitet [89–91], wobei auch diese komplexe Schritte, wie z. B. das Herausätzen und -lösen von Hilfsmitteln zur Einpassung in die Glasrohre, umfassten. Morton et al. nutzten dagegen eine einfache Rohrwendel und wiesen auch auf den Einfluss der Dean-Wirbel auf den Stoffübergang hin [92, 93]. Es zeigte sich, dass diese Rektifikationsapparatur sich durch ihren geringen Druckverlust für Vakuumdestillationen eignet. Mit Verbreitung von Chromatographieverfahren, wie der Gaschromatographie und der Spektroskopie, verschwand die Weiterentwicklung dieser analytischen Rektifikationsapparatur immer mehr aus dem Fokus der Forschung [94].

Das Prinzip wurde erst wieder von Mardani et al. – ohne aber direkt Bezug darauf zu nehmen – aufgegriffen. Diese beschrieben die erste, modulare, voll additiv gefertigte Rektifikationsapparatur, die in Abbildung 2.6 dargestellt ist [95]. Der Druck der Strukturen erfolgte dabei mittels des Stereolithographieverfahrens (SLA-Verfahren). Damit konnte die Machbarkeit und die sich daraus ergebenden neuen Möglichkeiten durch die Rapid-Prototyping-Prozesskette in der Verfahrenstechnik gezeigt werden. Es traten dabei (neue) Herausforderungen auf, die sich durch das Fertigungsverfahren ergaben. Der erste Design-Entwurf mit einer Kanalhöhe von 4 mm war aufgrund mangelnder Auflösung bzw. Druckgenauigkeit nicht mit dem gewählten AM-System fertigbar. Ein weiteres Problem war die Beständigkeit der Kunststoffe gegenüber dem Hexan/Cyclohexan-Testgemisch. Zwar war eine grundsätzliche Beständigkeit gegenüber flüssigem, siedendem Hexan und Cyclohexan in einfachen Immersionsversuchen gegeben. Beim Betrieb der Kolonne über mehrere Stunden kam es aber zu Rissen im thermisch höher belasteten Kolonnensumpf. Weiterhin akkumulierten sich die Polymere dort, was zu Fouling führte. Die erzielten HETP-Werte waren dabei im Bereich von 230 mm, mit Füllkörpern in den Kanälen konnte der Wert auf 70 mm reduziert werden.



Abb. 2.6: Von Mardani et al. entwickelte helikale, im SLA-Verfahren hergestellte Rektifikationskolonne. Links: Schematische Skizze der Kolonne mit Strömungswegen; Mitte: computerunterstützte Entwurfs (englisch: computer-aided design) (CAD)-Modell der Kolonne; Rechts: Kolonne mit Anschlüssen. Abdruck aus [95], ©(2016) mit Genehmigung von Elsevier.

2.2.4 Weitere Konzepte

Für die sogenannte „Lab-on-the-chip“-Anwendung wurden noch weitere Konzepte für die Destillation mittels Trägergasen bzw. im Vakuum beschrieben. Typisch ist hier, dass die einzelnen Grundschritte der Destillation bzw. Rektifikation (Phasenkontakt, Equilibrieren und Phasentrennung) in spezifischen Bereichen des Chips durchgeführt werden. So werden z. B. zuerst die Dampf- und Flüssigphase mittels eines Mikromischers zusammengeführt und über einen mäanderförmigen Mikrokanal wird dann die notwendige Verweilzeit für den Stoffaustausch erreicht [96]. Abschließend werden die beiden Phasen wieder voneinander getrennt. Prinzipbedingt ist die Trennleistung hierbei auf eine

Trennstufe begrenzt, sofern nicht mehrere Module hintereinander verschaltet werden [96].

Ein weiteres Konzept sind Rektifikationsapparaturen, die rotierende Elemente zur Intensivierung des Stoffübergangs nutzen. Die hohe Zentrifugalkraft verringert die Flüssigkeitsfilmdicke und Packungen mit größerer spezifischer Oberfläche sind möglich. Vorteil sind die höheren Durchsätze, da der Flutpunkt, d. h. der Flüssigkeitsmitriss erst bei höheren Belastungen erfolgt. Diese beiden Konzepte scheinen aber wenig vielversprechend für die Ziele dieser Arbeit, daher sei auf entsprechende Übersichtsbeiträge [55, 78, 97, 98] an dieser Stelle verwiesen.

2.2.5 Vergleich der verschiedenen Konzepte

Aufgrund der sehr verschiedenen Apparatedimensionen und Durchsätze, die mehrere Größenordnungen umspannen, ist ein Vergleich nur hinsichtlich des HETP-Werts unvollständig. So würden die kleinen Durchsätze von teils nur wenigen mL h^{-1} , bei denen viele der Rektifikationsapparaturen betrieben wurden, sehr viele parallele Einheiten notwendig machen und so die reduzierte Höhe durch eine größere Querschnittsfläche bzw. Vielzahl an Apparaten erkauft werden. Die volumetrische Trennstufenzahl nach Gleichung 2.14

$$n_{\text{theo},V} = \frac{n_{\text{theo}}}{V_0} \quad (2.14)$$

als Quotient aus der Anzahl an theoretischen Trennstufen n_{theo} und dem Bezugsvolumen V_0 ist daher eine geeignetere Größe, um vielversprechende Konzepte zu identifizieren [82, 99]. Die Darstellung erlaubt es eine schnelle Abschätzung eines reinen numberings durchzuführen. Bei gleichen Betriebsbedingungen im einzelnen Teilapparat steigt das Volumen proportional zum Durchsatz \dot{L} , wobei die Trennleistung konstant bleibt. Mit dieser Annahme ergibt sich Gleichung 2.15:

$$n_{\text{theo},V,2} = n_{\text{theo},V,1} \cdot \frac{\dot{L}_1}{\dot{L}_2} \quad (2.15)$$

Graphisch entspricht dies einer Geraden durch den eingezeichneten Betriebspunkt parallel zu den gestrichelten Linien in Abbildung 2.7. Dies ermöglicht es, die verschiedenen Konzepte hinsichtlich des Raumbedarfs bei gegebenem Durchsatz und Trennstufenzahl einer Trennaufgabe zu vergleichen. Zu beachten ist, dass als Bezugsvolumen typischerweise das Leerrohr bzw. das geometrisch entsprechende äquivalente Leervolumen bei anderen Formen angenommen wurde. Dies unterschätzt den Raumbedarf systematisch, da teilweise, wie schon in den vorherigen Abschnitten dargelegt, das umhüllende Apparatvolumen in ähnlichen Größenordnungen sein kann. Jedoch sind nur selten genaue und vollständige Angaben dazu in der Literatur zu finden. Zudem könnte durch an das

Numbering-up angepasste Design das umhüllende Volumen reduziert werden. Daher wurde bei der Berechnung der Werte nur das innere Apparatevolumen betrachtet.

Hinsichtlich der volumetrischen Trenneffizienz zeigt sich somit, dass viele der Mikroapparate zwar sehr niedrige HETP-Werte erzielen, das Volumen aber bei vergleichbaren Durchsätzen größer wäre als bei konventionellen Apparaten. Die helikalen Einbauten von Podbielniak unterscheiden sich hier und zeigen Werte, die teilweise höher sind als die konventioneller (Labor-)Packungen.

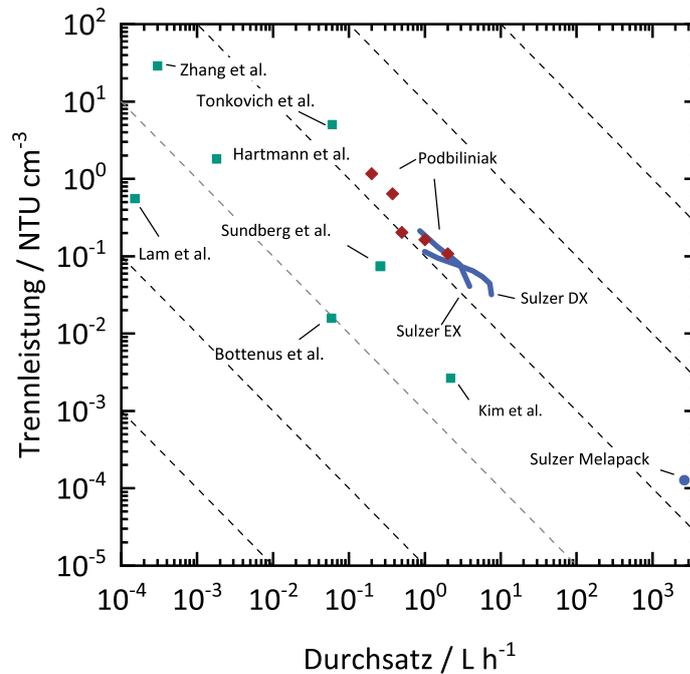


Abb. 2.7: Vergleich verschiedener Destillations- und Rektifikationsapparaturen hinsichtlich ihrer volumetrischen Trenneffizienz (Gleichung 2.14). Die diagonalen Linien zeigen den Einfluss des Numbering-ups auf diesen Faktor nach Gleichung 2.15. Daten aus Zhang et al. [100], Tonkovich et al. [55, 67, 68], Hartmann et al. [96], Podbielniak [86], Sundberg et al. [77], Bottenus et al. [76], Sulzer [54] und Kim et al. [70].

2.2.6 Fazit für die Apparateentwicklung

Insgesamt ist die helikale Strömungsführung ein vielversprechendes Konzept für die weitere Entwicklung einer modularen additiv gefertigten Rektifikationsapparatur, sowohl hinsichtlich des HETP-Werts als auch der volumetrischen Trenneffizienz.

Zusammenfassung des Kapitels

In diesem Kapitel wurden die Grundlagen der Destillation und Rektifikation kurz zusammengefasst. Zudem wurde ein Überblick über die Konzepte für Rektifikationsapparaturen gegeben. Ein Vergleich der verschiedenen Apparate hinsichtlich der Trennleistung und ihres Durchsatzes ergibt, dass der Vergleich nur hinsichtlich des erreichten HETP unvollständig ist und das Apparatevolumen miteinbezogen werden sollte. Diese Betrachtung ergibt, dass die helikale Strömungsführung ein sehr vielversprechendes Konzept ist. Daneben wurde das Wärmemanagement in kleinskaligen Rektifikationsapparaturen als ein kritischer Faktor identifiziert.

Modell für die Filmströmung in helikalen Kanälen

Um die Strömung in helikalen Kanälen zu analysieren und zu verstehen, ist es notwendig, ein geeignetes Modell zu entwickeln. In diesem Kapitel ist der Aufbau und die Anwendung eines analytischen Modells für die reine Flüssigkeitsfilmströmung in helikalen Kanälen beschrieben. Ziel ist es, mittels der Modellierung von verschiedenen helikalen Kanälen einen Einblick in die Verteilung der Filmdicke und Verweilzeit zu bekommen und die Auslegung der helikalen Rektifikationsapparaturen zu unterstützen. Dieses Kapitel basiert in Teilen auf den Ergebnissen der studentischen Arbeiten von D. Núñez und A. Ceravolo.

3.1 Hintergrund

Die Filmströmung in helikalen Kanälen ist komplex [101, 102]. Die Steigung nimmt nach innen zur Achse hin zu, gleichzeitig ist der Laufweg für die Flüssigkeit dort kürzer (vgl. auch die Gleichungen in Anhang A). Aufgrund der Gravitation wird daher die Flüssigkeit nach innen getrieben. Andererseits wirkt die Zentrifugalbeschleunigung dem entgegen und treibt die Flüssigkeit nach außen. Dies kann je nach Betriebsbedingungen zur Ausbildung unterschiedlicher Sekundärströmungen führen [103, 104].

Um die Filmströmung in helikal gewundenen Kanälen mit beliebigem Kanalquerschnitt zu beschreiben, entwickelten Arnold und Stokes et al. ein analytisches Modell für die Filmhöhe und (Sekundär-)Strömung [103–105]. Das Modell ist für die Auslegung von helikalen Partikelseparatoren entwickelt worden. In diesen Apparaten fließt ein mit Partikeln beladener Flüssigkeitsstrom den helikalen Kanal in einem dünnen Film herunter. Durch die Sekundärströmung werden die Partikel entsprechend ihrer Größe separiert und am Ende in verschiedene Teilströme aufgeteilt [105, 106]. Die Kanaldimensionen sind zwar typischerweise eine Größenordnung größer, als die im Rahmen der Arbeit untersuchten Apparate, jedoch sind die Flüssigkeitsbelastungen entsprechend gering, sodass diese geometrisch ähnlich den helikalen Rektifikationsapparaturen in dieser Arbeit erscheinen.

3.2 Modellannahmen und Vereinfachungen

Im Folgenden sind die grundlegenden Modellannahmen kurz vorgestellt und diskutiert. Das entwickelte Modell von Arnold und Stokes et al. basiert dabei auf folgenden Vereinfachungen und Annahmen [103, 105]:

- helikale Symmetrie,
- stationäre eingelaufene Strömung,
- konstante Stoffwerte,
- Dünnschicht-Näherung,
- Haftbedingung am Kanalboden,
- Keine Schubspannung an der Flüssigkeits-Gas-Grenzfläche.

Die ersten drei Bedingungen erlauben es, die Abhängigkeit von der Lauflänge zu vernachlässigen und die Strömung in der zweidimensionalen Querschnittsfläche abzubilden. Typischerweise sind die Einlaufängen solcher Strömungen im Bereich $\lesssim 2$ Windungen [105, 107]. Die Navier-Stokes-Gleichungen werden durch die Dünnschichtnäherung vereinfacht. Dies setzt voraus, dass die charakteristische Filmdicke h_{chara} im Verhältnis zur Kanalbreite B deutlich kleiner ist. Diese Näherungen vernachlässigt die Schubspannungen an den Seitenwänden des Kanals. Die Auswirkungen dieser Annahme auf das Geschwindigkeitsprofil sind gering und nur sehr nahe der Seitenwände relevant. Sie können über geeignete Kanalfunktionen angenähert werden, wie in [105] dargelegt. Die Bedingung, dass der Einfluss der Gasphase auf die Strömung vernachlässigt werden kann, stellt eine typische Vereinfachung der Modellbildung für Rektifikationsapparatur dar. Oftmals werden erst beide Phasen unabhängig voneinander simuliert oder die Nusselt-Filmdicke, die ebenfalls diese Vereinfachung trifft, für die Berechnung verwendet [108–111]. Von Shilikin et al. wurde für den Fall der idealen Filmströmung gezeigt, dass der Einfluss der Gasströmung auf die Filmhöhe und das Geschwindigkeitsprofil der Flüssigkeit bei den untersuchten industriell relevanten Bedingungen gering ist [112]. Trotz dieser Einschränkungen scheint das Modell daher geeignet zu sein, die Vorgänge zu beschreiben.

3.3 Modellgleichungen

Das Modell [105] fußt auf der Beschreibung des Kanals in einem helikalen Koordinatensystem, wie in Abbildung 3.1 dargestellt. Die Helix des Kanals wird über den Radius R_m und die Ganghöhe P beschrieben (vgl. auch Abbildung 3.1 a)). Die Position des betrachteten Kanalquerschnitts auf der Helix wird über die Winkelkoordinate β von einem Referenzpunkt aus definiert. Aufgrund der helikalen Symmetrie kann diese Koordinate aber im Folgenden vernachlässigt werden. Die Punkte des Kanalquerschnitts und der Flüssigkeit werden über ein orthogonales Koordinatensystem, das entlang der vertikalen und radialen Achse aufgespannt wird, mit den Koordinaten r und z definiert. Die Höhenkoordinate z des Films wird dabei ausgehend vom Kanalboden, der über eine Funktion $H(r)$ beschrieben wird, berechnet. Für die weitere Berechnung wird

die abgeleitete Koordinate $y = r - R_m$ eingeführt. Als charakteristische Länge für die Entdimensionierung werden dabei die halbe Kanalbreite $0,5 \cdot B$, die charakteristische Filmdicke h_{chara} und die charakteristische Film-Geschwindigkeit U (vgl. hierzu auch Gleichung 3.9 und 3.8) verwendet. Entdimensionierte Variablen sind im Folgenden mit einem „ $\hat{}$ “ gekennzeichnet.

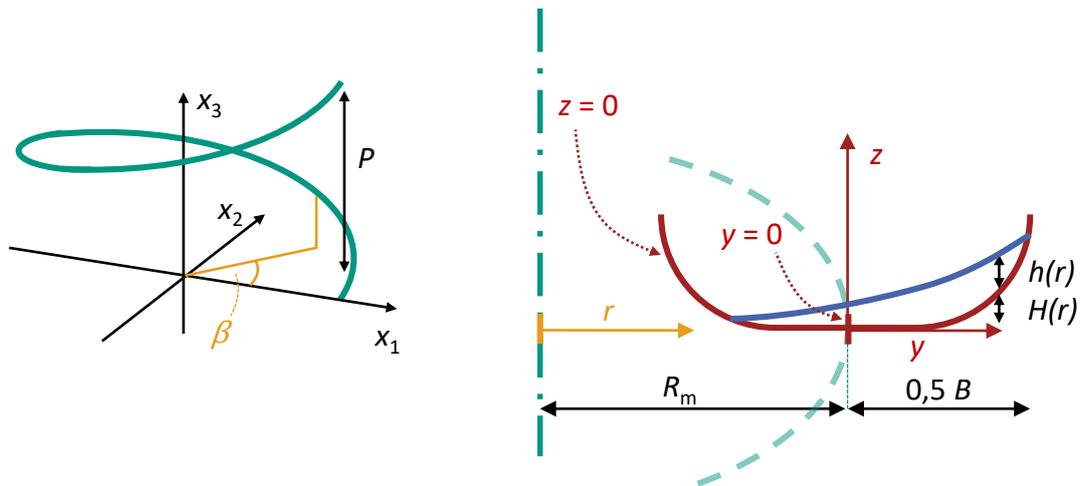


Abb. 3.1: Darstellung des helikalen Koordinatensystems. Links: Über die Winkelkoordinate β wird die Position auf der Schraubenlinie mit der Ganghöhe P definiert. Die Koordinaten x_1, x_2 und x_3 stellen dabei ein kartesisches Koordinatensystem mit dem Ursprung im Zentrum der Helix dar. Rechts: Darstellung der Koordinaten für einen beliebig geformten Kanal mit der Breite B und dem Radius R_m . Über die Koordinate r wird die radiale Position ausgehend von der vertikalen Achse der Helix definiert. Die dazu orthogonale Koordinate z und die Flüssigkeitsfilmdicke $h(r)$ wird ausgehend von der Funktion für die Bodenfläche $H(r)$ berechnet. Diese Funktion gibt die relative Höhe des Kanals bezogen auf die vertikale Position der Mittellinie der Helix an (grün gestrichelt in b)).

Für die Geschwindigkeit in Kanalrichtung \hat{u} , die Radialgeschwindigkeit \hat{v} und die Flüssigkeitsfilmdicke \hat{h} ergeben sich mit den Annahmen aus dem vorherigen Abschnitt und den Navier-Stokes-Gleichungen im helikalen Koordinatensystem die Gleichungen 3.1 bis 3.3:

$$\hat{u} = \frac{u}{U} = \frac{Re}{Fr^2} \frac{\hat{\Lambda}}{\hat{\Upsilon}^{\frac{3}{2}}} \frac{\hat{u} \cdot (\hat{z} - 2\hat{h})}{2} \quad (3.1)$$

$$\hat{v} = \frac{v}{U\delta} = - \frac{Re^3}{Fr^4} \frac{\hat{\epsilon}\hat{\Lambda}^2}{(1 + \hat{\epsilon}\hat{y}) \hat{\Upsilon}^5} \frac{7\hat{z}^6 - 42\hat{h}\hat{z}^5 + 70\hat{h}^2\hat{z}^4 - 72\hat{h}^2\hat{z}^4 + 32\hat{h}^5\hat{z}}{840} \quad (3.2)$$

$$- \frac{Re}{Fr^2} \frac{\hat{\epsilon}\hat{\Lambda}^2}{(1 + \hat{\epsilon}\hat{y}) \hat{\Upsilon}^3} \frac{8\hat{z}^3 - 15\hat{h}\hat{z}^2 + 6\hat{h}^2\hat{z}}{12}$$

$$\frac{d\hat{h}}{d\hat{y}} = \frac{6}{35} \frac{Re^2}{Fr^2} \frac{\hat{\epsilon}\hat{\Lambda}^2}{(1+\hat{\epsilon}\hat{y})\hat{\Upsilon}^3} \hat{h}^4 - \frac{3}{2} \frac{\hat{\epsilon}\hat{\Lambda}^2}{(1+\hat{\epsilon}\hat{y})\hat{\Upsilon}} \hat{h} - \frac{d\hat{H}}{d\hat{y}}. \quad (3.3)$$

dabei stehen \hat{y} und \hat{z} für die dimensionslosen Koordinaten $2yB^{-1}$ bzw. zh_{chara}^{-1} , δ für die charakteristische dimensionslose Filmhöhe $2 \cdot h_{\text{chara}} \cdot B^{-1}$, $\hat{\epsilon}$ für den Krümmungsparameter $0,5 \cdot B \cdot R_m^{-1}$, $\hat{\Lambda}$ für die Steigung an der Position \hat{y} auf Höhe $z = 0$:

$$\hat{\Lambda} = \frac{P}{B \cdot (1 + \hat{\epsilon} \cdot \hat{y})} \quad (3.4)$$

und $\hat{\Upsilon}$ für die daraus abgeleitete Größe:

$$\hat{\Upsilon} = 1 + \hat{\Lambda}^2. \quad (3.5)$$

Dabei wird die Reynoldszahl Re nach Gleichung 3.6:

$$Re = \frac{\rho U h_{\text{chara}}}{\eta} \quad (3.6)$$

und die Froudezahl Fr nach Gleichung 3.7:

$$Fr = \frac{U}{\sqrt{g h_{\text{chara}}}} \quad (3.7)$$

definiert. Aus diesen Gleichungen können die Skalierungsfaktoren U und h_{chara} in Abhängigkeit der geometrischen und stoffspezifischen Größen wie folgt abgeleitet werden:

$$U = \sqrt[3]{\frac{35^2}{6} \frac{1+k^2}{\hat{\epsilon}^2 k} \frac{g\eta}{\rho}} \quad (3.8)$$

und

$$h_{\text{chara}} = \sqrt[3]{\frac{35}{6} \frac{(1+k^2)^3}{\hat{\epsilon} k^2} \frac{\eta^2}{g\rho^2}}. \quad (3.9)$$

Für den dimensionslosen Volumenstrom \hat{Q} ergibt sich weiter die folgende Gleichung:

$$\hat{Q} = \frac{1}{3} \frac{Re}{Fr^2} \int_{\hat{y}_1}^{\hat{y}_r} \frac{\hat{\Lambda} \hat{h}^3}{\hat{\Upsilon}^{\frac{3}{2}}} d\hat{y}. \quad (3.10)$$

Die beiden Differenzialgleichungen 3.3 und 3.10 können nur numerisch gelöst werden. Bei gegebener Flussrate muss dazu die Flüssigkeitshöhe an der Wand bzw. die Position der Phasengrenze im Kanal iterativ berechnet werden, um den entsprechenden Volumenstrom nach Gleichung 3.10 zu erzielen. Dazu wurden die Gleichungen in Matlab© iterativ mittels der Funktionen `fsolve` und `ode45` numerisch gelöst. Als Maß für die

Charakterisierung der Ungleichverteilung der Flüssigkeit bietet sich der differenzielle radiale Flüssigkeitsanteil ξ nach Gleichung 3.11 an:

$$\xi(r) = \frac{h(r) \cdot \bar{u}(r) dr}{\dot{V}_{\text{ges}}}. \quad (3.11)$$

Dieser Anteil gibt an, wie viel der Flüssigkeit an einer radialen Position r durch das Flächenelement $h(r) dr$ strömt. Zu beachten ist dabei aber, dass im Vergleich zu konventionellen Einbauten der Weg von der radialen Position abhängt. Daher wurde zudem eine radiale Verweilzeit nach Gleichung 3.12 berechnet:

$$\tau(r) = \frac{2\pi\sqrt{r^2 + a^2}}{\bar{u}(r)}. \quad (3.12)$$

Diese Verweilzeit setzt den Laufweg über eine Windung ins Verhältnis zur mittleren axialen Geschwindigkeit an der Position r (vgl. zur Berechnung des Weges auch Abschnitt A im Anhang). Beide Größen vernachlässigen den Einfluss der radialen Dispersion durch die Sekundärströmung.

3.4 Ergebnisse der Modellierung der Filmströmung in helikal gewundenen Kanälen mit rechteckigem Querschnitt

Als Modellsystem wurde Cyclohexan im flüssig-siedendem Zustand verwendet mit den Stoffwerten aus [113]. Für die hier untersuchten Werte ist die Dünnfilm-Approximation nach Gleichung 3.9 immer erfüllt. Der rechteckige Kanal wird durch die Funktion

$$\hat{H}(\hat{y}) = 4 \cdot \hat{y}^{200} \quad (3.13)$$

angenähert. Durch die Approximation der senkrechten Kanalwände durch ein bei $\hat{y} \rightarrow \pm 1$ stark ansteigendes Polynom vom Grad 200 wird der Kanal ohne Unstetigkeiten in der Steigung der Kanalwand dargestellt. Dies erlaubt es, die Haftbedingung an den Seitenwänden trotz der Dünnfilm-Approximation abzubilden (siehe auch Abschnitt 3.2). Der Polynomgrad und der Vorfaktor wurden so gewählt, dass die berechneten Phasengrenzen im Intervall $y \in [-1, -0,99]$ für die linke Seite bzw. $[0,99, 1]$ für die rechte Seite lagen und zudem die Kanalbodenfunktion \hat{H} dazwischen eine vernachlässigbare Höhe im Vergleich zur Flüssigkeitshöhe hatte. Die geometrischen Größen die mit der Funktion den Kanal definieren, sind in Abbildung 3.2 illustriert. Die Kanalhöhe wird dabei gleich der Ganghöhe der Helix gesetzt. Die untersuchten Dimensionen und Flüssigkeitsbelastungen orientieren sich dabei an den Literaturwerten aus Abschnitt 2.2.3.

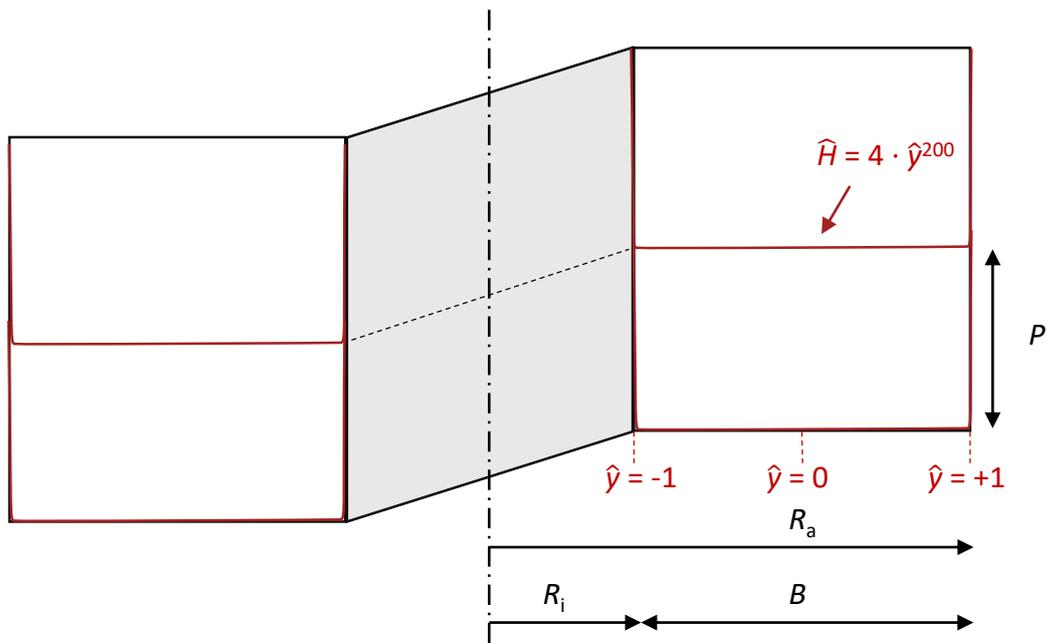


Abb. 3.2: Skizze der untersuchten helikal gewundenen rechteckigen Kanalgeometrie mit den geometrischen Größen B , P (entspricht gleichzeitig der Kanalhöhe) und R_i , R_a , die den Kanal definieren. Die Kanalbodenform wird dabei über die Funktion $\hat{H}(\hat{y})$ nach Gleichung 3.13 definiert.

3.4.1 Filmhöhe

Die Filmhöhe ist für den flüssigkeitsseitigen Stofftransport ein entscheidendes Maß. Die charakteristische Diffusionszeit

$$\tau_{D,\text{chara}} = \frac{h^2}{D} \quad (3.14)$$

als Verhältnis des Diffusionsweges – hier die Filmhöhe h – zum Diffusionskoeffizienten D skaliert mit h^2 . Daher sind grundsätzlich geringe Filmhöhen anzustreben. In Abbildung 3.3 ist die Abhängigkeit der geometrisch gemittelten Filmhöhe von der Kanalbreite bzw. -höhe für verschiedene Massenströme dargestellt. Wie erwartet nimmt die Filmhöhe mit größerer Ganghöhe bzw. Steigung und mit geringerem Massenstrom ab. Bei einer Kanalhöhe von 2 mm und einem Massenstrom von 150 g h^{-1} beträgt die Filmhöhe 0,28 mm, bei 10 mm dagegen nur noch 0,17 mm. Die Filmhöhe nimmt in etwa proportional zur Kubikwurzel des Massenstroms $\sqrt[3]{\dot{m}}$ zu. Dies ist das zu erwartende Verhalten für laminare Filme nach der Nusselt-Theorie [114]. Im ersten Fall ($P = 2 \text{ mm}$) z. B. auf 0,41 mm bei der Verdreifachung des Massenstroms auf 450 g h^{-1} . In letzterem Fall ($P = 10 \text{ mm}$) ist die Zunahme 0,21 mm etwa 14 % geringer als erwartet.

Interessanter ist dagegen der Verlauf in Abhängigkeit der Kanalbreite (Abbildung 3.3, rechts). So nimmt die Filmhöhe bei 150 g h^{-1} stetig mit zunehmender Kanalbreite B ab. Bei höheren Massenströmen weist die Filmhöhe dagegen ein Maximum bei Kanalbreiten von ca. 10 mm auf. Nach der Nusselt-Theorie wäre ein Verlauf mit $\sim B^{-1}$ zu erwarten

[114]. Der abweichende Verlauf weist auf das Zusammenspiel aus Zentrifugalkraft und Gravitation hin, auf den im Folgenden anhand der Strömungsfelder eingegangen wird.

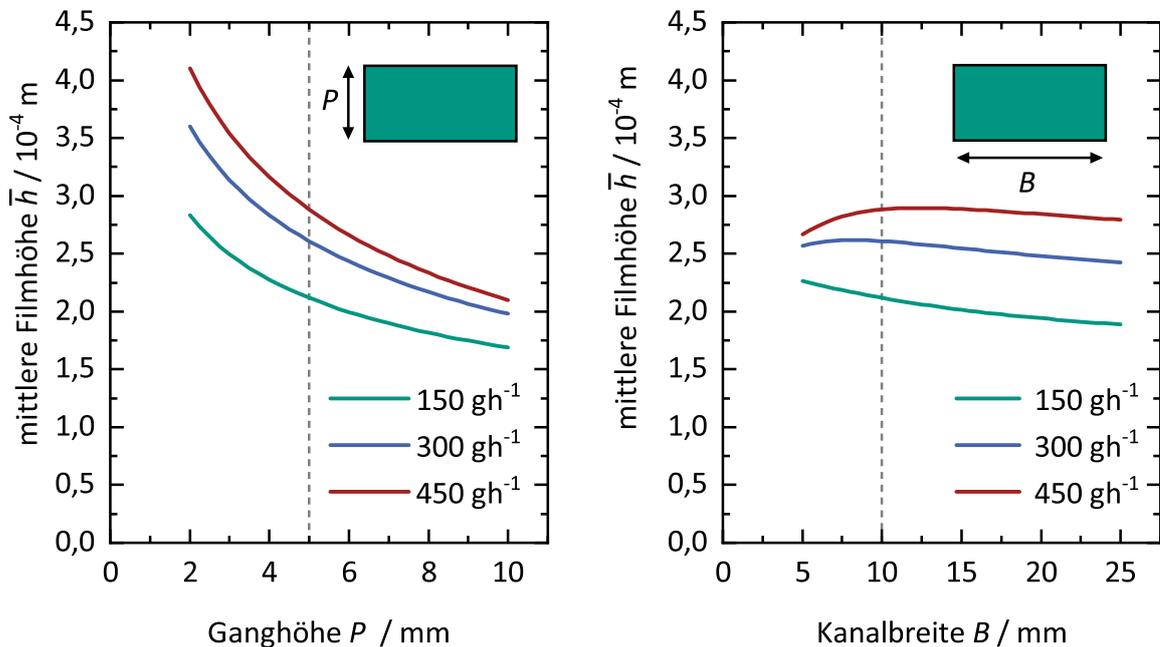


Abb. 3.3: Abhängigkeit der mittleren Filmhöhe \bar{h} von den geometrischen Größen des helikalen Kanals für flüssigsiedendes Cyclohexan als Referenzstoff. Links: Abhängigkeit \bar{h} von der Ganghöhe P bzw. Kanalhöhe bei konstanter Breite des Kanals B von 10 mm. Rechts: Abhängigkeit von der Kanalbreite B bei einer Ganghöhe von 5 mm. In beiden Fällen beträgt der Innenradius $R_i = 2,5$ mm. Die gestrichelten Referenzlinien verdeutlichen die Schnittmenge beider Diagramme.

3.4.2 Strömungsfeld

In der Abbildung 3.4 sind die modellierten axiale Geschwindigkeitsverteilungen für Massenströme von 150 $g h^{-1}$ und 450 $g h^{-1}$ bei jeweils einer Kanalbreite von 10 mm und einer Ganghöhe von 5 mm verglichen. In beiden Fällen steigt der Film nach außen hin durch die Zentrifugalbeschleunigung an. Die axiale Geschwindigkeitskomponente u zeigt eine ausgeprägte Geschwindigkeitsverteilung. So hat diese an der oberen äußeren Seite ein Maximum von ungefähr 0,22 $m s^{-1}$ bei dem höheren Massenstrom. Zur Innenseite und zum Kanalboden hin fällt die Geschwindigkeit ab und ist dort mit Geschwindigkeiten von unter 0,02 $m s^{-1}$ erheblich geringer. Der Abfall zum Kanalboden hin und in einer dünnen Grenzschicht an den Kanalwänden ist mit der Haftbedingung zu erklären.

Die Darstellungen der Stromfunktion Ψ in Abbildung 3.5 – Isolinien entsprechen den Stromlinien – zeigen klar, dass es zur Ausbildung von Dean-Wirbeln in beiden Fällen kommt. Das Fluid fließt dabei in der oberen Hälfte des Films radial nach außen, in

einer dünnen Grenzschicht an der Kanalwand nach unten und dann am Kanalboden entsprechend entgegengesetzt zurück (vgl. auch Abb. 3.5 und Abb. 3.6). Die in Abbildung 3.5 dargestellte radiale Geschwindigkeitskomponentenverteilung v ist dabei etwa eine Größenordnung kleiner als die axiale Komponente u . Bei 150 g h^{-1} sind die Stromlinien, wie in Abbildung 3.5 dargestellt, relativ gleichmäßig verteilt und erstrecken sich über die ganze Breite. Bei 450 g h^{-1} überwiegt die Zentrifugalkraft die Gravitation, sodass die Sekundärströmung sich verstärkt in einem kleinen Bereich außen ausbildet. In diesem Bereich steigt die Filmhöhe zudem stark an, während sie im inneren Bereich nahezu dieselbe Höhe von etwa $0,1 \text{ mm}$ bis $0,2 \text{ mm}$ wie bei einem Massenstrom von 150 g h^{-1} hat. Dies erklärt das Auftreten eines Maximums der Filmhöhe bei variabler Kanalbreite bei einem Massenstrom von 300 g h^{-1} und 450 g h^{-1} aus Abschnitt 3.4.1. Mit zunehmender Flüssigkeitsbelastung, d. h. abnehmender Breite bzw. zunehmendem Massenstrom, überwiegt der Einfluss der Zentrifugalkraft, so dass die Flüssigkeit hauptsächlich in einem kleinen Bereich außen mit höherer Geschwindigkeit strömt und so insgesamt die Filmhöhe sinkt.

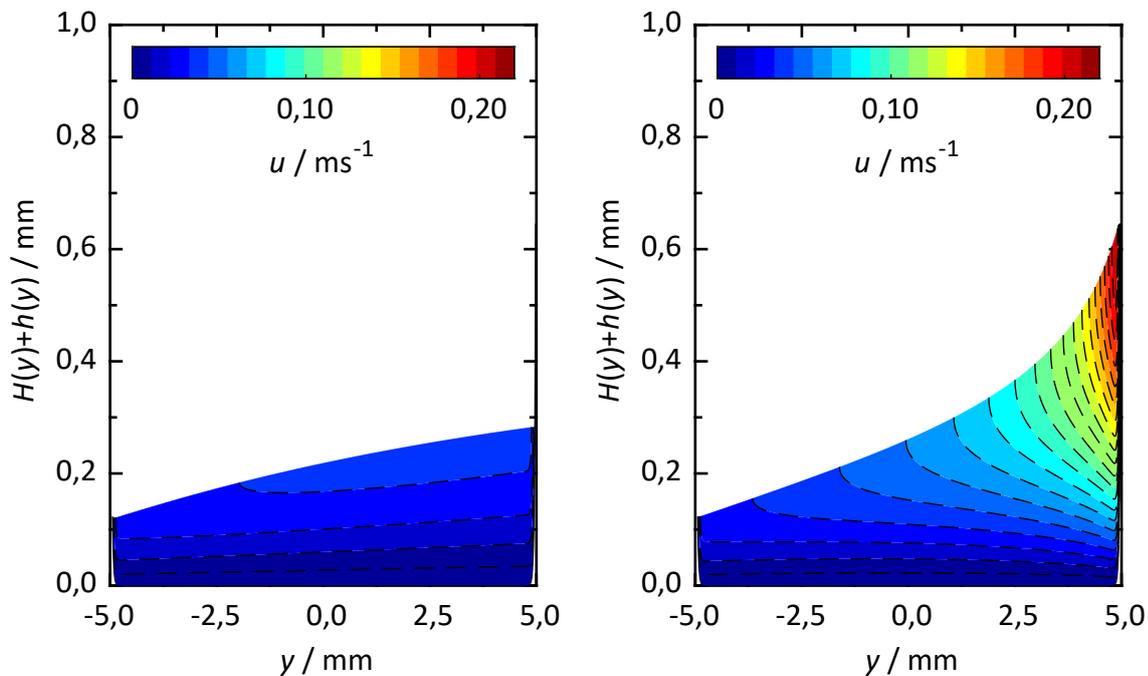


Abb. 3.4: Axiales Geschwindigkeitsprofil u für zwei verschiedene Massenströme $\dot{m} = 150 \text{ g h}^{-1}$ (links) und $\dot{m} = 450 \text{ g h}^{-1}$ (rechts). Geometrische Größen des Kanals in beiden Fällen: $B = 10 \text{ mm}$, $P = 5 \text{ mm}$ und $R_i = 2,5 \text{ mm}$. Rechts im Diagramm ist jeweils die Außenwand.

Dies zeigt sich deutlich, wenn die Verweilzeitverteilungen τ und die radialen Flüssigkeitsanteile ξ betrachtet werden. Wie in Abbildung 3.7 dargestellt, nimmt für 150 g h^{-1} die Verweilzeit aufgrund des längeren Wegs nach außen hin von etwa $0,75 \text{ s}$ bis auf etwa $2,75 \text{ s}$ zu. Bei 300 g h^{-1} und 450 g h^{-1} ist die Verweilzeit insgesamt geringer und zeigt zudem in der Mitte ein Maximum und ist mit $< 1,5 \text{ s}$ außen deutlich kleiner. Betrachtet man nun noch den Flüssigkeitsanteil, so wird deutlich, dass der Großteil der Flüssigkeit

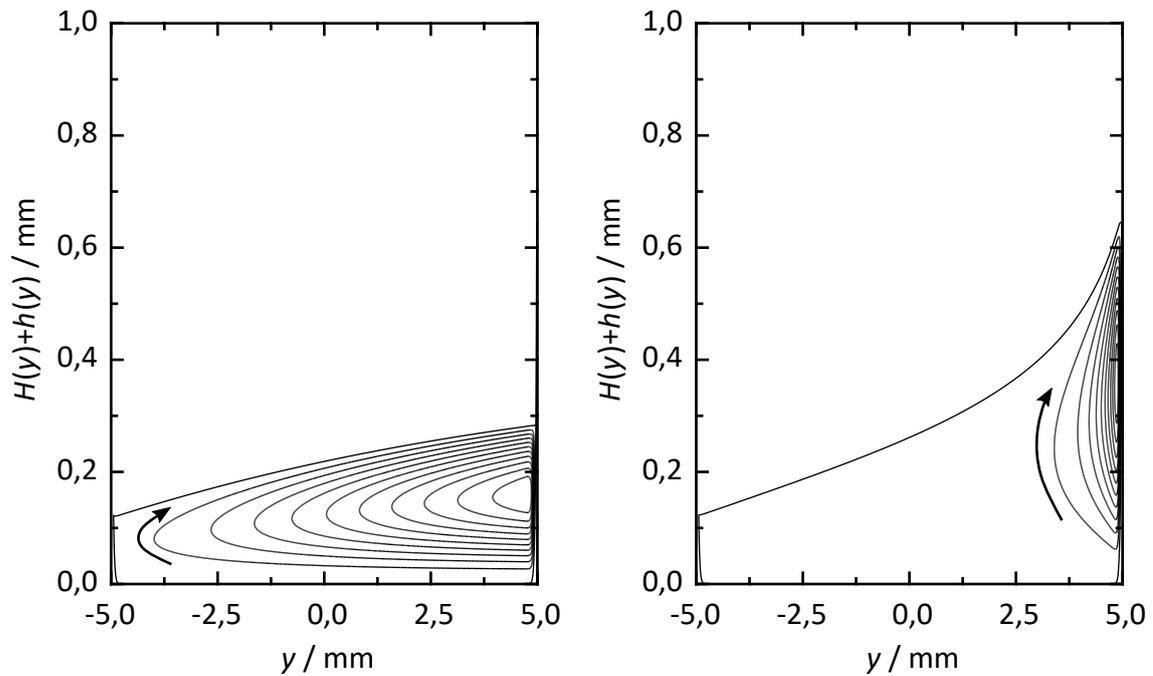


Abb. 3.5: Stromfunktion Ψ für zwei verschiedene Massenströme $\dot{m} = 150 \text{ g h}^{-1}$ (links) und $\dot{m} = 450 \text{ g h}^{-1}$ (rechts). Geometrische Größen des Kanals in beiden Fällen: $B = 10 \text{ mm}$, $P = 5 \text{ mm}$ und $R_i = 2,5 \text{ mm}$. Rechts im Diagramm ist jeweils die Außenwand. Isolinien der Stromfunktion zeigen dabei die Stromlinien an. Die Pfeile geben die Drehrichtung an.

in beiden Fällen außen fließt. Anzumerken ist hier, dass die Sekundärströmungen mit der Zunahme der Massenströme zunehmen und in diesen beiden Größen nicht betrachtet werden. Da die Wirbel sich am äußeren Rand befinden, könnte die geringere Verweilzeit und Ungleichverteilung der Flüssigkeit evtl. durch die verstärkte Konvektion und daraus folgende Dispersion zumindest teilweise kompensiert werden.

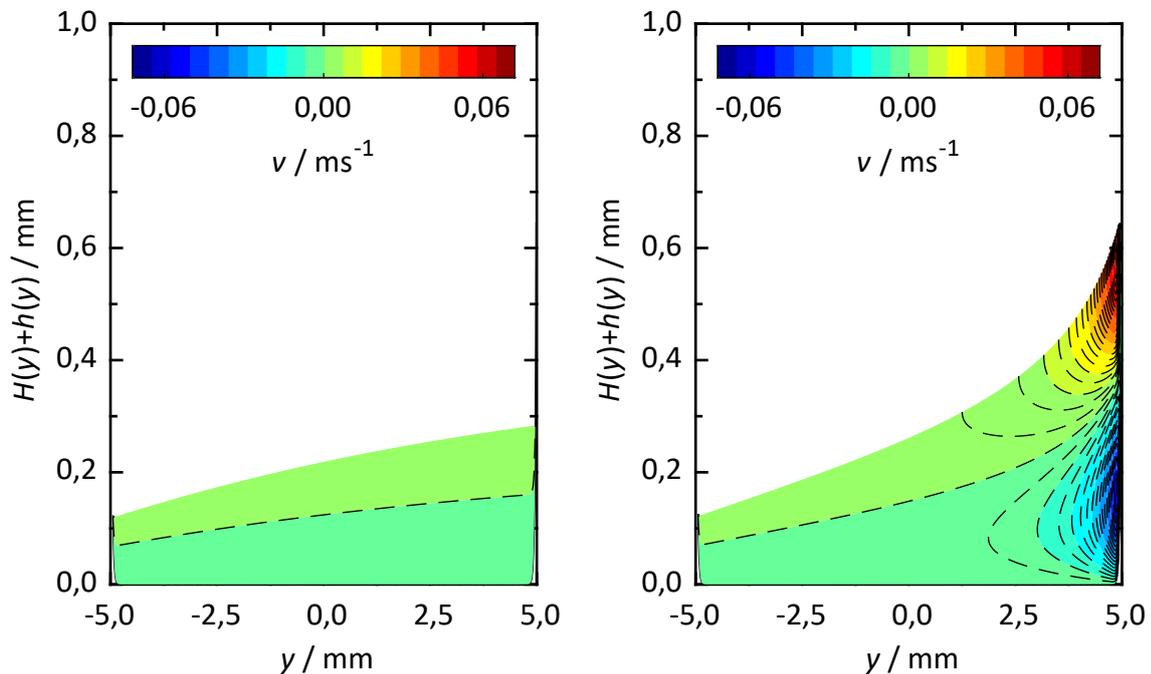


Abb. 3.6: Radiale Geschwindigkeitskomponente v für zwei verschiedene Massenströme $\dot{m} = 150 \text{ g h}^{-1}$ (links) und $\dot{m} = 450 \text{ g h}^{-1}$ (rechts). Geometrische Größen des Kanals in beiden Fällen: $B = 10 \text{ mm}$, $P = 5 \text{ mm}$ und $R_i = 2,5 \text{ mm}$. Rechts im Diagramm ist jeweils die Außenwand.

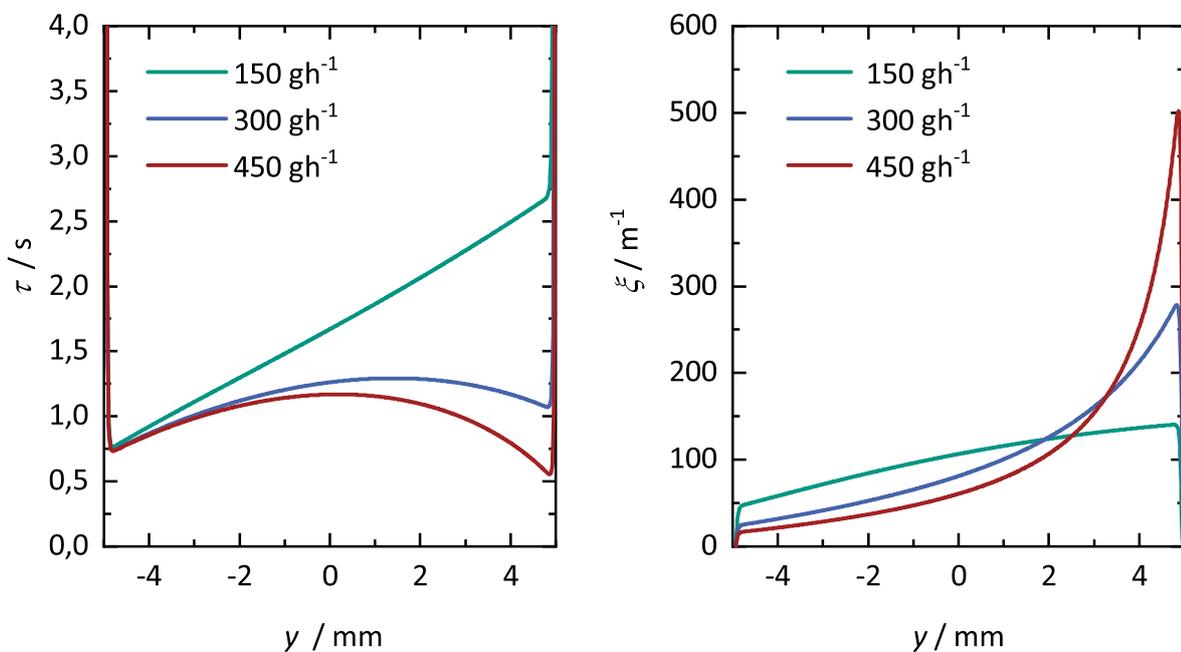


Abb. 3.7: Verweilzeitverteilung τ (links) und radialer differentieller Flüssigkeitsanteil ξ (rechts) für einen helikalen Kanal mit $B = 10 \text{ mm}$, $P = 5 \text{ mm}$ und $R_i = 2,5 \text{ mm}$ in Abhängigkeit des Massenstroms \dot{m} an Cyclohexan. Rechts im Diagramm ist jeweils die Außenwand.

3.4.3 Einfluss des Innenradius

Die bisherigen Rechnungen wurden alle für Kanäle durchgeführt, die einen Innenradius von $R_i = 2,5$ mm aufwiesen, wie bei Podbielniak [86] und Lecky und Erwell [85]. Bei $r \rightarrow 0$ hat die Krümmung und Steigung eine Polstelle, wodurch die Strömung dort stark beeinflusst wird. Um den Einfluss des Innenradius auf die Strömung zu quantifizieren, ist in Abbildung 3.8 ein Vergleich der Verweilzeitverteilung und des relativen Flüssigkeitsanteils von einem Kanal mit einem Innenradius von 0,04 mm und 2,5 mm bei jeweils konstantem Außendurchmesser von 12,5 mm dargestellt.

Im Vergleich zum Fall mit einem Innenrohr ist die Verweilzeit außen höher, da weniger Flüssigkeit nach außen getrieben wird und diese so langsamer strömt. Gleichzeitig strömt aber ein signifikanter Anteil innen mit deutlich kürzerer Verweilzeit. Diese Ergebnisse bestätigen, dass wie bei Podbielniak und Lecky et al. [85, 86] ein Innenrohr sinnvoll ist, um eine gleichmäßigere Geschwindigkeitsverteilung zu erzielen. Das Innenrohr mit einem Durchmesser von 5 mm reduziert die Übertragungsfläche in dem untersuchten Fall nur unwesentlich um ca. 4%.

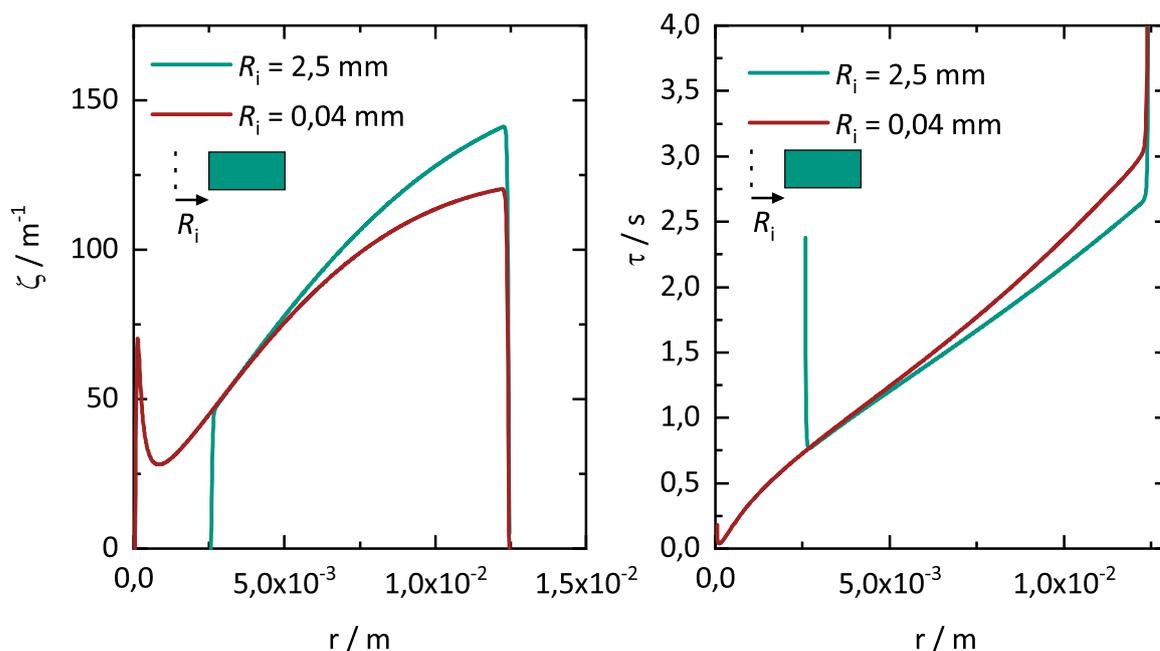


Abb. 3.8: Einfluss des Innenradius des Kanals R_i auf den radialen differentiellen Flüssigkeitsanteil ξ (links) und die radiale Verweilzeitverteilung τ (rechts) für einen Kanal mit $R_a = 12,5$ mm, $P = 5$ mm bei einem Massenstrom von $\dot{m} = 150$ g h⁻¹.

3.5 Formabweichungen

Die additive Fertigung zeigt typischerweise größere geometrische Abweichungen als die konventionelle Fertigung [26]. Deshalb wird im Folgenden beispielhaft der Einfluss von

zwei idealisierten Formabweichungen des rechteckigen Querschnitts nach Gleichung 3.13 erörtert. Zum einen wurde eine Welligkeit des Kanalbodens als sinusförmiger Verlauf mit einer Amplitude von ca. $60\ \mu\text{m}$ modelliert (vgl. Kapitel 7), zum anderen wurde eine Verkippung des Kanalbodens von 5° um die Horizontale untersucht. Die axialen Strömungsprofile in Abbildung 3.9 zeigt, dass in beiden Fällen die Strömungsfelder signifikant von den zuvor beschriebenen abweichen. Die Welligkeit führt zur Ausbildung von zwei Geschwindigkeitsmaxima, die mit zwei Dean-Zellen korrelieren. Diese Ergebnisse illustrieren, dass insbesondere die Sekundärströmung sehr sensitiv auf etwaige Abweichungen der Kanalform reagiert und somit in der realen Anwendung mit deutlichen Abweichungen zu rechnen ist.

Die Verkippung führt dazu, dass die Flüssigkeit innen strömt und der Film nur noch 70 % der gesamten Bodenfläche bedeckt. Zudem verschiebt sich das Geschwindigkeitsmaximum nun zur Innenseite. Eine Verkippung in die andere Richtung (nicht dargestellt) führt zum entgegengesetzten Verhalten und verursacht eine Strömung entlang der Außenwand.

Eine Verkippung von 5° befindet sich innerhalb der typischen Annahmen von 1° bis 6° für die maximale Krängung von Offshore-Plattformen bei moderaten Sturmbedingungen [115]. Obgleich sich die Modellierung auf den stationären Zustand bezieht, ermöglichen daher die vorliegenden Ergebnisse bereits vorläufige, phänomenologische Schlussfolgerungen hinsichtlich der Anwendung von helikalen Rektifikationsapparaturen für dezentrale Anlagen auf schwankenden Offshore-Plattformen. Es ist mit einer Reduktion der Flüssigkeitsoberfläche im Vergleich zur stabilen horizontalen Ausrichtung zu rechnen, wodurch vermutlich die Trennleistung reduziert wird. Andererseits wird das Geschwindigkeitsprofil zwischen dem inneren und äußeren Kanalbereich wandern, was wiederum eine Intensivierung der Durchmischung der Flüssigkeit bewirken kann.

Die Modellierung ermöglicht zudem auch eine erste Abschätzung der Betriebsstabilität unter diesen Bedingungen. Die Periodenlänge solcher Wellen liegt im Bereich von 2 s bis 20 s. Im Gegensatz dazu liegt die ermittelte Verweilzeitverteilung nach Abbildung 3.8 rechts im Bereich von 1 s bis 3 s pro Windung. In praktischen Anwendungen mit einer deutlich höheren Windungszahl steigt diese Verweilzeit entsprechend proportional an. Bereits ab etwa 20 Windungen ist die resultierende Verweilzeit der Flüssigkeit damit länger als die Dauer einer Wellenperiode von 20 s. Diese Abschätzung lässt darauf schließen, dass trotz der dynamischen Veränderungen während einer Wellenperiode ein stabiler stationärer Betrieb des gesamten Apparates möglich ist.

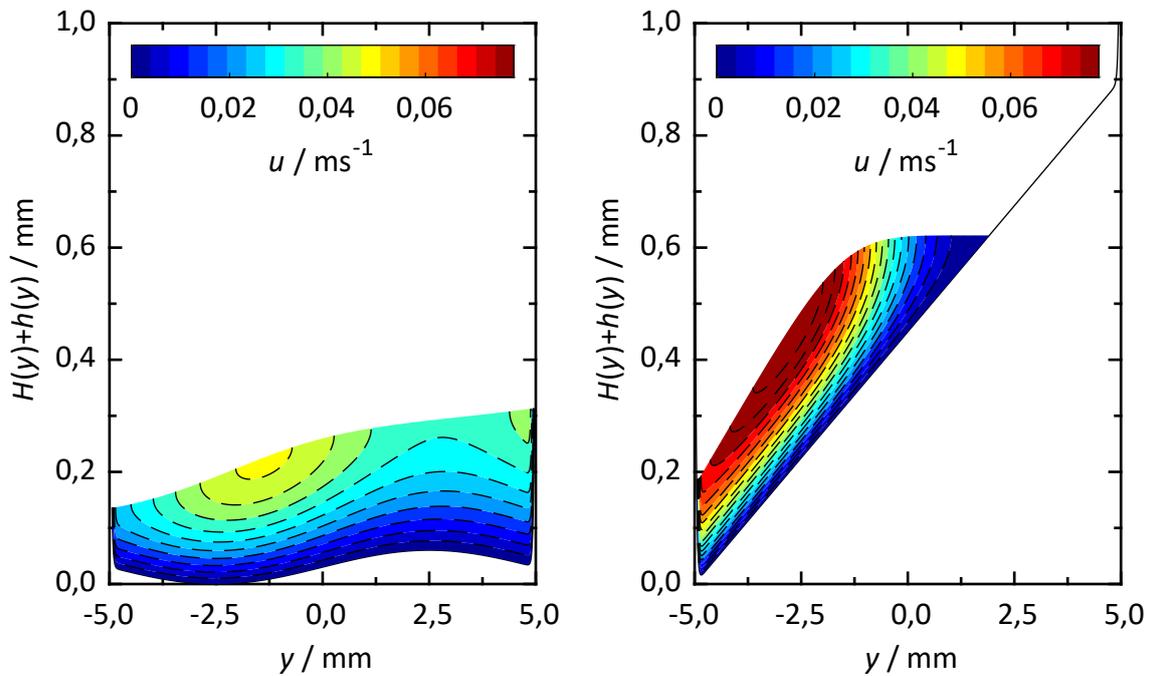


Abb. 3.9: Einfluss idealisierter Formabweichungen auf das axiale Geschwindigkeitsprofil u für einen Kanal mit $B = 10$ mm, $P = 5$ mm bei einem Massenstrom von $\dot{m} = 150$ g h⁻¹. Links: Idealisierte sinusförmige Rauigkeit mit einer Amplitude von 60 μ m. Rechts: Verkippung des Kanalbodens um 5° um die horizontale Achse. Es sei darauf hingewiesen, dass die Achsen zur besseren Sichtbarkeit des Strömungsfelds nicht dasselbe Aspektverhältnis aufweisen. Die Rauigkeit und Verkippung werden dadurch verzerrt dargestellt.

3.6 Fazit und Zusammenfassung

In diesem Kapitel wurde das Modell von Stokes und Arnold et al. [103–105] für die Filmströmung in helikalen Kanälen auf die helikale Rektifikationsapparatur erfolgreich angewendet. Die Modellierungsergebnisse zeigen, dass es in allen untersuchten Geometrien zu Sekundärströmungen innerhalb des Films kommt. Diese sind sehr sensitiv auf kleinste Abweichungen der Kanalform. Bei ähnlichen Kanalgeometrien, wie sie in der Literatur für helikale Rektifikationsapparaturen beschrieben wurden, liegen die Filmhöhen im Bereich 0,2 mm bis 0,4 mm für flüssig siedendes Cyclohexan. Bei geringen Flüssigkeitsbelastungen ist die Verteilung relativ gleichmäßig. Bei höheren Flüssigkeitsbelastungen fließt die Flüssigkeit außen und die schnellere Geschwindigkeit überkompensiert den längeren Laufweg dort deutlich. Für eine geringe Filmhöhe und gleichmäßige Flüssigkeitsverteilung sollte daher der Kanal möglichst breit sein. Gleichzeitig sollte die Kurzschlussströmung im Inneren der Helix entlang der vertikalen Achse durch eine innere Begrenzung vermieden werden.

Modell der hydrodynamischen Analogie für helikale Rektifikationsapparaturen

Im folgenden Kapitel wird die Modellierung von Rektifikationsapparaturen mit helikaler Strömungsführung mittels eines Modells der hydrodynamischen Analogie (HA) vorgestellt. Zuerst wird das Konzept der HA-Modellierung in den Kontext der Rektifikationskolonnen-Modellierung eingeordnet. Dann wird der Aufbau, die mathematischen Gleichungen und Annahmen des Modells vorgestellt. Die Modellierung erfolgt dabei aus zwei Gesichtspunkten: Zum einen soll diese die Entwicklung der helikalen Rektifikationsapparaturen unterstützen indem kritische Parameter identifiziert werden. Zum anderen soll ein idealisiertes laminares Modell einer Mikrorektifikationsapparatur auch als Referenz dienen. Das folgende Kapitel basiert teilweise auf den Ergebnissen der studentischen Arbeiten von V. Pardon, J. E. Heinrich und V. Kernebeck.

4.1 Hintergrund

Die Auslegung von Rektifikationskolonnen beruht größtenteils auf empirischen Modellen. Neben dem in Abschnitt 2.1 vorgestellten Stufen-Modell, das auf experimentell bestimmten Messwerten beruht, wird häufig ein auf dem Film-Modell basierender Ansatz genutzt [49, 116, 117]. Hierfür müssen die Stoffübergangskoeffizienten in der Gas- und Flüssigphase berechnet werden. Diese beruhen auf experimentellen Modellen, die die Hydrodynamik einschließen, deswegen ist eine Adaptierung auf andere Geometrien und Stoffsysteme riskant [118]. Daher wurde von Shilkin und Kenig ein weiterer Ansatz vorgeschlagen, der auf der sogenannten HA basiert [112, 118]. Die komplexe Strömung innerhalb einer Packung wird durch ein vereinfachtes Strömungsmodell ("hydrodynamische Analogie") approximiert. Die Strömung durch eine strukturierte Packung wird z. B. als laminaire Filmströmung durch ein geneigtes Rohr mit regelmäßigen Durchmischungspunkten der Gas- und Flüssigphase modelliert [112, 118]. Mittels dieser Geschwindigkeitsverteilung werden nun die Wärme- und Stofftransportgleichungen gelöst. Die Werte erzielen eine gute Übereinstimmung zu experimentellen Daten für Packungskolonnen [112]. Aufbauend auf diesen Ergebnissen wurden Modelle für verschiedenste Bereiche der Fluidverfahrenstechnik entwickelt, wie die Reaktivabsorption in Packungskolonnen [119, 120], Zero-Gravity-Apparate [72, 121–124], Blasensäulen und Füllkörperkolonnen [125, 126].

Aufgrund der deutlich reduzierten Anzahl an empirische Faktoren ist es möglich, den Einfluss geometrischer Variationen modellgestützt zu bestimmen und zu optimieren. Erste Ansätze sind in der Literatur für Füllkörperkolonnen beschrieben [125]. Diese Faktoren lassen die Entwicklung eines HA-Modells für die spiralförmigen Rektifikationsapparaturl vielversprechend erscheinen.

4.2 Modellaufbau

Der nachfolgende Abschnitt beschreibt die Modellannahmen und daraus folgenden Gleichungen. Zuerst wird das geometrische und fluiddynamische Modell beschrieben. Nachfolgend werden dann die Wärme- und Stoffübergangsgleichungen und Randbedingungen für die Durchmischung dargestellt.

4.2.1 Geometrie

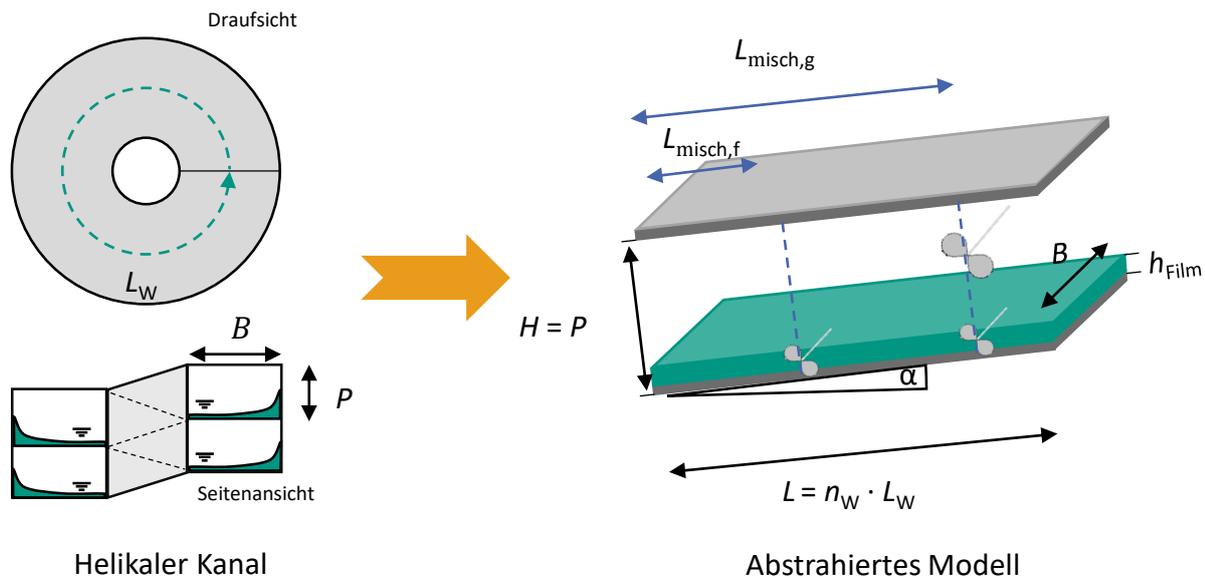


Abb. 4.1: Schematische Darstellung des abstrahierten geometrischen Modells des helikalen Kanals. Der Kanal wird zu einem Spalt zwischen zwei Platten approximiert mit der mittleren Länge L . Diese ergibt sich aus der Anzahl an Windungen n_W und der mittleren Länge einer Windung L_W . Die Steigung des Kanals entspricht ebenso der mittleren Steigung der Helix α . Für die Berechnung dieser Werte sei auf Anhang A verwiesen.

Zur Vereinfachung der Strömungsgleichungen wird der schraubenförmige Kanal, wie in Abbildung 4.1 dargestellt, zu einem Spalt zwischen zwei geneigten Platten reduziert. Dies stellt offensichtlich eine starke Vereinfachung der Geometrie des Kanals dar. Andererseits ist die Reduktion einer Packungs- bzw. Füllkörperkolonne zu einer Rohrfilmströmung

ebenfalls eine solche Vereinfachung. Der Einfluss auf die Wärme- und Stoffübertragung wird dabei über ein Dispersionsmodell einbezogen.

Die Filmhöhe h und die Steigung α werden über die gesamte Kanalbreite B als konstant angesehen, um die Strömung als zweidimensional (2D) zu betrachten. Für die Berechnung der mittleren Kanalbreite B , -länge L und Steigung α werden die Gleichungen im Anhang A verwendet. Die Kanalhöhe wird, wie auch im vorherigen Kapitel, der Ganghöhe P gleichgesetzt.

4.2.2 Fluiddynamik

Für die Strömung wurden drei Modelle entwickelt (vgl. auch Tabelle 4.1 und Abbildung 4.2): Ein laminares Strömungsmodell, ein Grenzschicht-Modell (GS-Modell) und ein GS-Modell mit porösen Einbauten. Wobei für das Strömungsmodell mit porösen Einbauten zusätzlich der Fall einer symmetrischen Positionierung an Kanalober- und -unterseite betrachtet wurde. Nachfolgend werden die Modellgleichungen und Annahmen dazu näher erläutert:

Tab. 4.1: Übersicht über die entwickelten und untersuchten fluiddynamischen Modelle.

	Laminares Modell	GS-Modell	GS-Modell porös
Gasphase	Rein Laminar	Laminares GS-Modell nach Mori et al. [127] mit Dispersions- modell	Laminares GS-Modell nach Mori et al. [127] mit Dispersions- modell
Flüssigphase	Rein Laminar	Parabelförmig mit h_m nach Arnold et al. [105] (vgl. auch Kapitel 3)	Kolbenströmung [124]

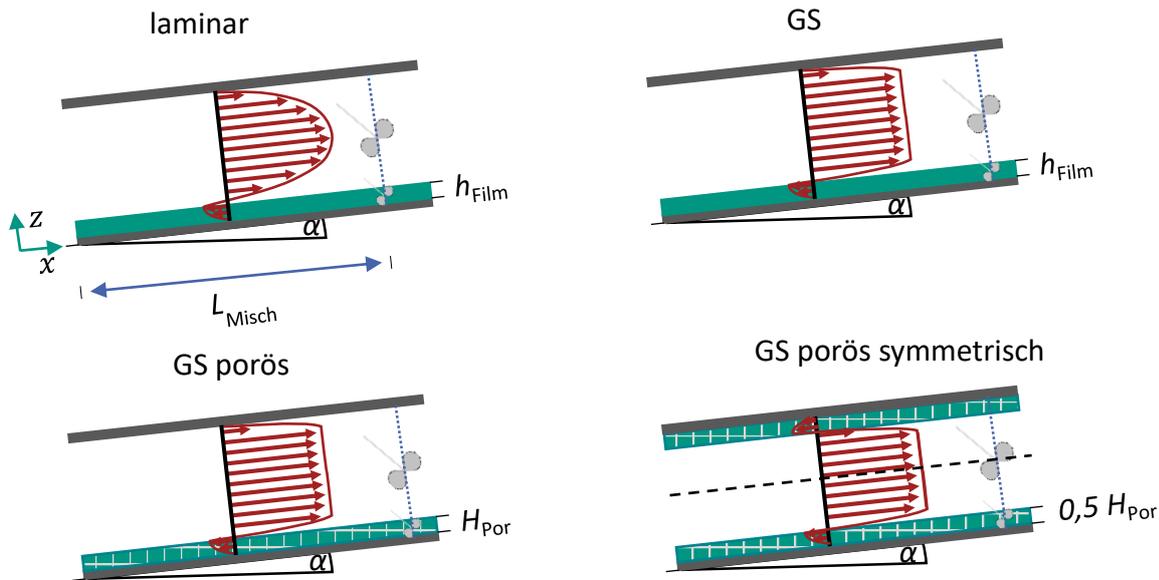


Abb. 4.2: Illustrative Darstellung der fluiddynamischen Modelle. Zur Vereinfachung wurde nur in eine Skizze die Durchmischungslänge und das Koordinatensystem eingezeichnet. Diese Angaben gelten entsprechend für die anderen Modelle.

Laminare Filmströmung

Das rein laminare Strömungsmodell dient als Referenz für eine ideale Rektifikationsapparatur, ähnlich zum Vorgehen von Dercks [83]. Der Vergleich der GS-Modelle mit dem laminaren Modell ermöglicht es, den Einfluss der Sekundärströmung zu quantifizieren und die modellierte Trennleistungssteigerung durch die helikale Strömungsführung zu beurteilen. Unter den geometrischen Annahmen aus dem vorherigen Abschnitt und der Voraussetzung einer 2D, laminaren, stationären, rein gravitations- und druckgetriebenen Strömung vereinfachen sich die Navier-Stokes-Gleichungen zu:

$$\eta \left(\frac{\partial^2 u}{\partial z^2} \right) - \frac{\partial p}{\partial x} + g \rho \sin \alpha = 0 \quad (4.1)$$

mit der dynamischen Viskosität η , der Geschwindigkeit u in Kanalrichtung x , dem Druckgradient $\frac{\partial p}{\partial x}$, der Dichte ρ , jeweils für die entsprechende Phase.

Dabei gilt an der Phasengrenzfläche $z = h$ die Bedingung des Geschwindigkeits- und des Kräftegleichgewichts nach Gleichung 4.2 und 4.3:

$$u_g(z = h) = u_{fl}(z = h) \quad (4.2)$$

$$\eta_g \cdot \frac{\partial u_g}{\partial z}(z = h) = \eta_{fl} \cdot \frac{\partial u_{fl}}{\partial z}(z = h). \quad (4.3)$$

An den Rändern gilt die Haftbedingung für die Strömung:

$$\frac{\partial u_{fl}}{\partial z}(z=0) = \frac{\partial u_g}{\partial z}(z=H) = 0. \quad (4.4)$$

Des Weiteren ergeben die Kontinuitätsbedingungen für beide Phasen die Gleichungen 4.5 und 4.6 als weitere Randbedingungen:

$$\dot{V}_{fl} = B \int_0^h u_{fl}(z) dz \quad (4.5)$$

$$\dot{V}_g = B \int_h^H u_g(z) dz. \quad (4.6)$$

Nach zweifacher Integration von Gleichung 4.1 ist das Gleichungssystem vollständig bestimmt.

Laminare Grenzschichtströmung

In gewundenen Kanälen kommt es durch die Zentrifugalkraft schon bei verhältnismäßig geringen Geschwindigkeiten zur Ausbildung von sekundär Wirbeln – sogenannten Dean-Wirbeln – wie schon im vorherigen Kapitel für die Flüssigkeit deutlich wurde. Dies ist daher auch für die Gasphase zu erwarten. Als Maß dient die dimensionslose Dean-Zahl [128]:

$$De = Re \cdot \sqrt{\frac{L_{chara}}{R}}. \quad (4.7)$$

Zu beachten ist, dass die charakteristische Länge unterschiedlich in der Literatur definiert wird. Teilweise wird die Kanalbreite [129], der hydraulische Durchmesser [102, 130] oder eine beliebige andere Längenskala [131] gewählt. Für die Modellierung wurde im Folgenden aufgrund der 2D-Vereinfachung die Höhe des Kanals und der mittlere Kanalradius verwendet. Geht man von ähnlichen Massenströmen und geometrischen Abmessungen aus, wie für die in Abschnitt 2.2.3 aus der Literatur beschriebenen helikalen Apparate, so ergibt ein Vergleich der Dean-Zahl mit Studien dazu [131, 132] (mit deren Definition der charakteristischen Längen), dass eine signifikante Sekundärströmung in der Gasphase zu erwarten ist.

Um diese Sekundärströmung im Modell zu berücksichtigen, wurde die Gasströmung durch ein angepasstes Modell von Mori et al. [127] für die Strömung in Rohrbögen mit quadratischem Querschnitt modelliert. Es berücksichtigt nicht den Einfluss der Torsion, dies scheint aber aufgrund der geringen Ganghöhen gerechtfertigt (vgl. dazu auch [133, 134]). Zudem wird das Kanalseitenverhältnis vernachlässigt (vgl. dazu auch [135]).

Das Modell basiert darauf, dass die Intensität der durch die Sekundärströmungen induzierten Schubspannungen – ähnlich der Reynolds-Spannung bei turbulenten Strömungen – so groß ist, dass der Einfluss der Viskosität im Kern der Strömung vernachlässigt werden kann. Die Auswirkungen der Viskosität sind auf eine dünne Grenzschicht $\hat{\delta}$ entlang der

Wand des Kanals beschränkt. Das Vorhandensein einer solchen Grenzschicht wird durch experimentelle Ergebnisse bestätigt [136].

Zur Berechnung der Geschwindigkeiten wird das Geschwindigkeitsprofil, wie in Abbildung 4.3 veranschaulicht, zu zwei Wirbeln jeweils über und unterhalb der horizontalen Achse des Kanalquerschnitts vereinfacht. Im Kern der Strömung kommt es zu einer konstanten horizontalen Sekundärströmung zur Kanalausseite. Die Strömung fließt dann in der Grenzschicht mit der konstanten Höhe $\hat{\delta}$ zurück zur Kanalinnenseite. Dabei wird angenommen, dass die vertikale Sekundärströmung nur an der Innen- und Außenseite (Bereiche I, III, IV und V in Abbildung 4.3) auftritt.

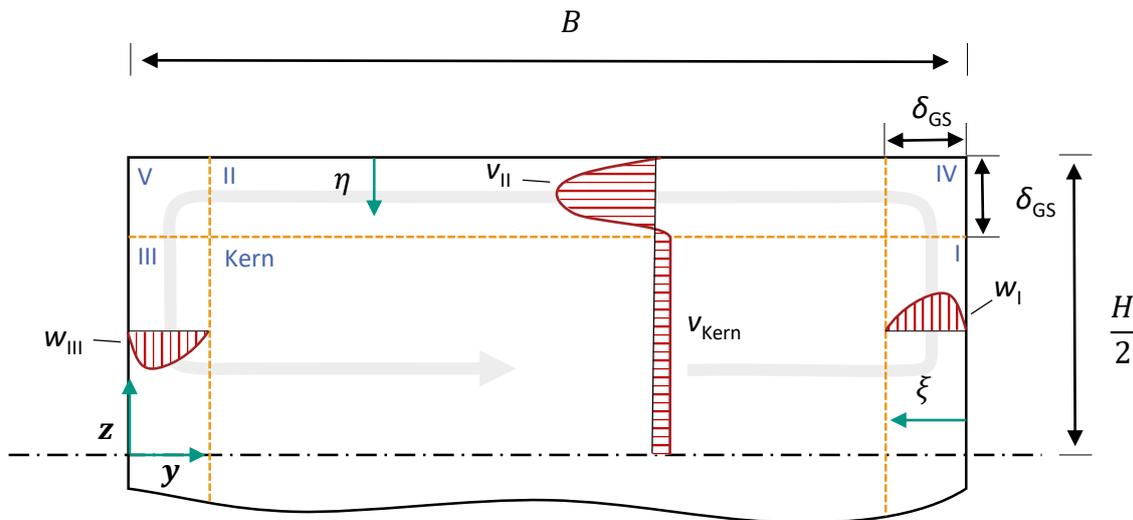


Abb. 4.3: Schematische Darstellung des Sekundärströmungsprofils an der Kanaloberseite nach dem adaptierten Modell nach Mori et al. [136]. Mit blauen römischen Ziffern sind die Bereiche der Grenzschicht markiert. Die Grenzschicht hat dabei die Höhe $\hat{\delta}_{GS}$.

Mittels dieser Annahmen wurde für diesen Fall eine analytische Lösung (Gleichung 4.8) für die dimensionslose Grenzschichtdicke von Mori et al. [127] entwickelt:

$$\hat{\delta}_{GS} = 2,998 \cdot De^{-1} - 9,385 \cdot De^{-\frac{1}{2}}. \quad (4.8)$$

Für die Geschwindigkeitskomponente in Kanalrichtung ergibt sich in der Grenzschicht:

$$u_{GS}(\xi) = \left(2 \cdot \left(\frac{\xi}{\hat{\delta}_{GS}} \right) - \left(\frac{\xi}{\hat{\delta}_{GS}} \right)^2 \right) \cdot (u_K - u_{PG}) + u_{PG} \quad (4.9)$$

unter der Annahme, dass an der Phasengrenzfläche die Haftbedingung gilt, aber keinen signifikanten Einfluss auf die Grenzschichtdicke und die Flüssigkeitsfilmströmung hat.

Die vertikale und horizontale Geschwindigkeitskomponente in der Grenzschicht an den Kanalwänden wird nach Gleichung 4.10 und 4.11 approximiert, diese werden für die Berechnung des Dispersionskoeffizienten benötigt.

$$w_{\text{GS,III}}(\eta) = -w_{\text{GS,I}}(\eta) = \frac{12}{\hat{\delta}_{\text{GS}}} \cdot \left(-\left(\frac{\eta}{\hat{\delta}_{\text{GS}}}\right) - \left(\frac{\eta}{\hat{\delta}_{\text{GS}}}\right)^2 - \left(\frac{\eta}{\hat{\delta}_{\text{GS}}}\right)^3 \right) \cdot v_{\text{K}} \cdot z \quad (4.10)$$

$$v_{\text{GS,II}}(\xi) = \left(\frac{6\hat{\delta}_{\text{GS}} - 6}{\hat{\delta}_{\text{GS}}^2} \cdot \xi + \frac{-9\hat{\delta}_{\text{GS}} + 12}{\hat{\delta}_{\text{GS}}^3} \cdot \xi^2 + \frac{4\hat{\delta}_{\text{GS}} - 6}{\hat{\delta}_{\text{GS}}^4} \cdot \xi^3 \right) \cdot v_{\text{K}} \quad (4.11)$$

Für die horizontale Sekundärströmung im Kern v_{K} gilt weiterhin:

$$v_{\text{K}} = \frac{1,541 \cdot De + 0,2703}{Re} \quad (4.12)$$

In den Randbereichen IV und V wird angenommen, dass das Geschwindigkeitsprofil der vertikalen und horizontalen Strömung erhalten bleibt und sich die Geschwindigkeitskomponenten so aufteilen, dass die Kontinuitätsbedingung erfüllt ist.

Für die Flüssigkeitsströmung wurde auf das Modell aus Kapitel 3 zurückgegriffen. Mittels diesem wurde die mittlere Filmhöhe \bar{h} bestimmt. Für das Geschwindigkeitsprofil ergibt sich mit der Annahme eines parabelförmigen Profils und der Kontinuitätsbedingung folgende Gleichung (vgl. zu dieser Annahme auch [137, 138]):

$$u_{\text{fl}}(z) = 3 \frac{\dot{V}_{\text{fl}}}{B \cdot \bar{h}} \cdot \left(\frac{z}{\bar{h}} - \frac{1}{2} \left(\frac{z}{\bar{h}} \right)^2 \right) \quad (4.13)$$

Grenzschichtmodell mit poröser Schicht

Für den Fall der porösen Einbauten mit der Porosität ϵ gilt die Annahme einer Kolbenströmung mit konstanter Flüssigkeitsgeschwindigkeit in Kanalrichtung u_{fl} in der porösen Schicht:

$$u_{\text{fl}}(z) = \frac{\dot{V}_{\text{fl}}}{\epsilon \cdot H_{\text{por}} \cdot B} \quad (4.14)$$

Das GS-Modell wurde entsprechend für die Gasphase mit dieser Geschwindigkeit an der Phasengrenze angewendet. Zusätzlich wurde noch der Fall betrachtet, dass sich die porösen Einbauten symmetrisch an der Kanaloberseite- und -unterseite befinden. Es wird angenommen, dass sich die Flüssigkeit entsprechend auf beide Schichten gleichermaßen aufteilt. Dadurch kann die Strömung als symmetrisch zur horizontalen Mittelachse betrachtet werden.

4.2.3 Wärme- und Stofftransport

Für den Stofftransport wurde angenommen, dass dieser in z -Richtung nur durch Diffusion bzw. Wärmeleitung erfolgt. In x -Richtung wurde nur die Konvektion betrachtet, damit ergeben sich folgende Konvektion-Diffusions-Gleichungen

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \left(\frac{\partial^2 c}{\partial z^2} \right) - u \cdot \frac{\partial c}{\partial x} \quad (4.15)$$

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \left(\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) - u \cdot \frac{\partial T}{\partial x} \quad (4.16)$$

für das Konzentrations- und Temperaturfeld. Zur Lösung wurden folgende Randbedingungen angenommen: An der Phasengrenzfläche $z = z_{\text{PG}}$ herrscht thermodynamisches Gleichgewicht. Zudem ergibt sich aus einer Bilanz um die Phasengrenze die Beziehungen zur Kontinuität der Stoff- und Wärmeströme:

$$c_{g,i}(z_{\text{PG}}) = K(T) \cdot c_{fl,i}(z_{\text{PG}}) \quad (4.17)$$

$$D_{fl} \cdot \frac{\partial c_{fl,i}}{\partial z}(z_{\text{PG}}) = D_g \cdot \frac{\partial c_g}{\partial z}(z_{\text{PG}}) \quad (4.18)$$

$$T_{fl}(z_{\text{PG}}) = T_g(z_{\text{PG}}) \quad (4.19)$$

$$\lambda_{fl} \cdot \frac{\partial T_{fl}}{\partial z} = \lambda_g \cdot \frac{\partial T_g}{\partial z} + \sum_i \partial h_{\text{vap},i} D_i \frac{\partial c_{fl,i}}{\partial z}. \quad (4.20)$$

Die Kanalwände werden als adiabat und stoffundurchlässig betrachtet:

$$\frac{\partial c_{fl,i}}{\partial z} = \frac{\partial c_{g,i}}{\partial z} = 0 \quad (4.21)$$

bzw.

$$\frac{\partial T_{fl,i}}{\partial z} = \frac{\partial T_{g,i}}{\partial z} = 0. \quad (4.22)$$

Die Modellierung erfolgte dabei unter der Annahme, dass die Kolonne bei vollständigem Rücklauf (vgl. auch nachfolgender Abschnitt für die Durchmischungsstellen) betrieben wurde:

$$\dot{m}_{g,\text{aus}} = \dot{m}_{fl,\text{ein}}. \quad (4.23)$$

Das Kondensat tritt dabei flüssig siedend ein. Der Brüden tritt als trockener Dampf ein. Für die Eintrittszusammensetzung wurde eine equimolare Zusammensetzung an Cyclohexan/n-Heptan angenommen, d. h. $c_i = 0,5 \text{ mol mol}^{-1}$.

Die Reynolds-Zahlen Re – mit dem hydraulischen Durchmesser als charakteristische Länge – liegt typischerweise im Bereich von 100 bis 1000 für die im Rahmen dieser Arbeit modellierten Fälle. In der Literatur wird beschrieben, dass der laminar-turbulente Umschlag erheblich später durch die Dämpfungswirkung der Sekundärströmung in

helikalen im Vergleich zu geraden Kanälen erfolgt [139–141]. Für die Gasphase wurde daher im Rahmen dieser Arbeit im Gegensatz zu den Modellierungen für Packungen durch Kening et al. keine Anpassung über die Boussinesq-Näherung mit einer turbulenten Viskosität und daraus abgeleitetem Diffusionskoeffizienten durchgeführt.

Um den Einfluss der Sekundärströmung auf den Stofftransport einzubeziehen, wurde mit der vertikalen Geschwindigkeitsverteilung aus Gleichung 4.24 ein vertikaler, ortsabhängiger Dispersionskoeffizient $D_{z,g}(z)$ für die Gasphase nach Fischer et al. [142], basierend auf Taylor [143] und Aris [144], berechnet:

$$D_{z,g}(z) = -\frac{1}{B \cdot D_{\text{mol}}} \int_0^B w'(y, z) \int_0^y \int_0^y w'(y, z) dy dy dy. \quad (4.24)$$

Der effektive Diffusionskoeffizient $D_{z,g,\text{eff}}$ ergibt sich zu:

$$D_{z,g,\text{eff}}(z) = D_{z,g}(z) + D_{\text{mol}} \quad (4.25)$$

mit dem molekularen Diffusionskoeffizienten D_{mol} .

Aufgrund der Analogie von Wärme- und Stofftransport ergibt sich analog für die Temperaturleitfähigkeit a :

$$a_{z,g}(z) = -\frac{1}{B \cdot a_{\text{mol}}} \int_0^B w'(y, z) \int_0^y \int_0^y w'(y, z) dy dy dy. \quad (4.26)$$

Der effektive Temperaturleitfähigkeit $a_{z,g,\text{eff}}$ ergibt sich damit zu:

$$a_{z,g,\text{eff}}(z) = a_{z,g}(z) + a_{\text{mol}}. \quad (4.27)$$

Für den Diffusionskoeffizienten in der porösen Struktur mit der Porosität ϵ wurde folgender Zusammenhang nach [125] verwendet:

$$D_{z,\text{fl},\text{eff}}(z) = \epsilon \cdot D_{z,\text{fl}}(z). \quad (4.28)$$

Für den Fall der beidseitigen Strömung im porösen Medium an den Kanalober- und unterseiten, kann das Problem durch die Symmetrie vereinfacht werden und nur eine Kanalhälfte berechnet werden. In der Kanalmitte gilt dann entsprechend:

$$\frac{\partial c_{g,i}}{\partial z} = 0 \quad (4.29)$$

bzw.

$$\frac{\partial T_{g,i}}{\partial z} = 0. \quad (4.30)$$

4.2.4 Durchmischungspunkte

Die mittlere Konzentration nach den Durchmischungspunkten wird über die Stoffmen-
genbilanz nach Gleichung 4.31 bestimmt.

$$\bar{c}_{g,i} = \frac{1}{\bar{u}_g} \int_h^H u_g \cdot c_{g,i} dz. \quad (4.31)$$

Eine Energiebilanz ergibt analog:

$$\bar{T}_{g,i} = \frac{1}{\bar{u}_g} \int_h^H u_g \cdot T_{g,i} dz. \quad (4.32)$$

4.3 Numerische Implementierung

Initial wurde das Strömungsfeld mittels der in Abschnitt 4.2.1 beschriebenen Gleichungs-
systeme gelöst. Anschließend wurde mit der Lösung für das Geschwindigkeitsfeld die
Konvektions-Diffusions-Gleichung 4.15 unter den oben genannten Randbedingungen
mittels des Finite-Differenzen-Verfahrens in Matlab © (Version 2022b, Mathworks Corp.
Vereinigte Staaten von Amerika (USA)) numerisch gelöst. Der Kanal wurde dabei in
 x -Richtung äquidistant diskretisiert. Je nach Strömungsrichtung wurde dabei das Euler-
Vorwärts- oder Rückwärts-Verfahren angewendet. In z -Richtung waren die Gitterabstän-
de, jeweils in der Gas- bzw. Flüssigphase konstant. Die Phasengrenzbedingung wurde
mittels eines Polynomansatzes 2. Ordnung diskretisiert (vgl. dazu [145]). Die zeitliche
Diskretisierung erfolgte nach dem Crank-Nicholson-Verfahren [145]. Das sich daraus er-
gebende lineare Gleichungssystem wurde dann mittels der Funktion `mldivide` gelöst. Die
Stoffdaten wurden mit den Korrelationen und Daten aus [113] konzentrations- und tem-
peraturabhängig berechnet. Dabei erfolgt eine geometrische Mitteilung der Stoffwerte
zwischen den Gitterpunkten nach Behr et al. [146]. Aufgrund des numerischen Aufwands
zum Aufstellen der Matrix des linearen Gleichungssystem wurde die Aktualisierung der
ortsabhängigen Größen nicht in jedem Zeitschritt vollzogen, sondern typischerweise
nach einer simulierten Zeitdauer von $\Delta t = 0,2 \text{ s}$ durchgeführt. Als Abbruchkriterium für
die Iterationen wurde die relative Abweichung genutzt, die dabei geringer als $2 \cdot 10^{-2} \%$
war. Der Gitterfehler wurde anhand einer Gitterstudie auf $< 1 \%$ mit der Methode nach
NASA geschätzt (vgl. auch Anhang B). Für den Referenzfall (Kanal mit $h = 5 \text{ mm}$ und
einer Windung, Verdampferleistung von $\dot{m} = 150 \text{ g h}^{-1}$) benötigt die Berechnung auf
einem Rechner mit einer Taktrate von 4 GHz knapp 30 h.

4.4 Simulationsergebnisse

Im Folgenden sind die Modellierungsergebnisse vorgestellt. Auf die Validierung anhand der experimentellen Ergebnisse wird in Kapitel 10.7 eingegangen.

4.4.1 Geschwindigkeitsprofil

In Abbildung 4.4 sind die berechneten Geschwindigkeitsprofile nach dem adaptierten Modell von Mori und der Annahme einer laminaren Strömung dargestellt. Es zeigt sich, dass unter den Modellannahmen bei geringeren Gasbelastungen ($F = 0,05 \text{ Pa}^{0,5}$ bzw. $\dot{m} = 150 \text{ g h}^{-1}$) das Profil stark vom laminaren Profil abweicht und der Kolbenströmung ähnelt. Dies wird in der dimensionslosen Grenzschichtdicke $\hat{\delta}$ von unter 0,1 deutlich. Die Unterschiede bei der Filmhöhe und -geschwindigkeit sind zwischen den beiden Modellen – insbesondere bei kleinen Flüssigkeitsbelastungen – gering. Bei $\dot{m} = 150 \text{ g h}^{-1}$ ($F = 0,15 \text{ Pa}^{0,5}$) beträgt der Unterschied nur ca. 1 %. Bei einer Verdampferleistung von $\dot{m} = 450 \text{ g h}^{-1}$ ($F = 0,15 \text{ Pa}^{0,5}$) ist die laminare Filmhöhe etwa 15 % geringer als nach dem adaptierten Modell von Stokes et al. berechnet. Dies ist auf den in Abschnitt 3.4 beschriebenen Einfluss der Zentrifugalkraft zurückzuführen.

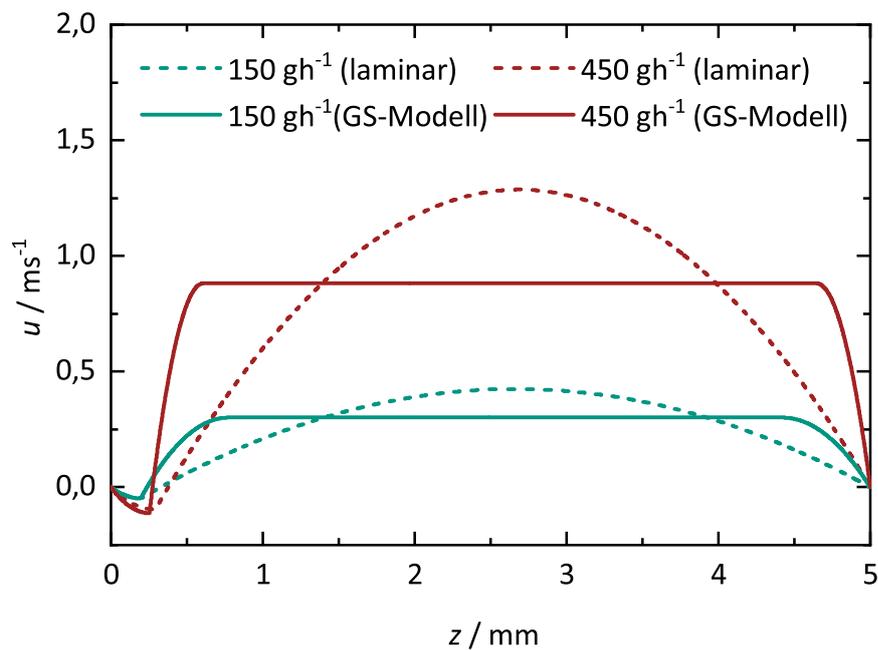


Abb. 4.4: Vergleich der modellierten Geschwindigkeitsprofile für das laminare und das GS-Modell für jeweils zwei Verdampfermassenströme von $\dot{m} = 150 \text{ g h}^{-1}$ und 450 g h^{-1} ($F = 0,05 \text{ Pa}^{0,5}$ und $0,15 \text{ Pa}^{0,5}$). Jeweils für eine äquimolare Cylohexan/n-Heptan-Mischung. Die modellierte Kanalhöhe beträgt 5 mm.

4.4.2 Konzentrationsfeld

In Abbildung 4.5 und Abbildung 4.6 sind beispielhaft die modellierten Konzentrations- und Temperaturfelder für einen helikalen Kanal mit einer Länge von einer Windung und einer Kanalhöhe von 5 mm für das laminare und das GS-Strömungsmodell dargestellt. Im laminaren Fall tritt das erwartete Profil einer laminaren thermischen Grenzschicht bzw. Konzentrationsgrenzschicht auf. Der starke Konzentrations- und Temperaturgradient in der Gasphase zeigt, dass in diesem Fall der Stoffübergangswiderstand hauptsächlich in der Gasphase liegt. Dies ist ein typisches Verhalten für die Rektifikation [112]. Zwar sind die Diffusionskoeffizienten in der Gasphase um drei Größenordnungen größer, jedoch ist die Verweilzeit aufgrund der höheren Geschwindigkeit auch erheblich geringer. Die Grenzschicht wächst dabei innerhalb einer Windung nicht auf die volle Kanalhöhe an. Dies zeigt, dass der konvektive Stofftransport in x -Richtung den diffusiven Stofftransport in z -Richtung überwiegt.

Die mit dem GS-Modell berechneten Temperatur- und Konzentrationsfelder in Abbildung 4.6 zeigen deutlich den Einfluss der Sekundärströmung über das Dispersionsmodell. Die angenommenen zwei Dean-Zellen in der Gasphase zeigen sich in beiden Feldern deutlich. Wenn man den Verstärkungsfaktor E :

$$E = \frac{D_z(z) + D_{\text{mol}}}{D_{\text{mol}}} \quad (4.33)$$

in Abbildung 4.7 links betrachtet, so wird der signifikante Effekt der Sekundärströmung deutlich. Zwischen den zwei Zellen ist die vertikale Geschwindigkeitskomponente null, sodass der Stofftransport zwischen diesen Bereichen nur durch die molekulare Diffusion erfolgt ($E = 1$). Im Kern der zwei Zellen ist der Dispersionskoeffizient dahingegen um eine bis zwei Größenordnungen größer als die molare Diffusion, wodurch geringere Konzentrationsgradienten innerhalb der Zelle resultieren. Der maximale Verstärkungsfaktor von $E = 112$ demonstriert den starken Einfluss, den die Konvektion durch die Sekundärströmung auf den Stofftransport hat. Hierdurch wird der gaseitige Stoffübergangswiderstand deutlich reduziert, sodass der Widerstand nun auch auf der Flüssigseite liegt, wie durch die deutlicheren Gradienten in der Flüssigphase zu erkennen ist. Dies ist in Abbildung 4.7 rechts als Konzentrationsprofil in z -Richtung bei $x = 23,69$ mm ($n_W = 0,5$) veranschaulicht. Für den hier betrachteten Fall ist die berechnete Trennleistung mit 0,487 Trennstufen insgesamt um mehr als einen Faktor vier größer, als die mit dem laminaren Modell berechnete Trennleistung. Dies entspricht einem HETP-Wert von nur 11 mm. Der Wert verdeutlicht den erheblichen Zuwachs der modellierten Trennleistung durch die Sekundärströmung in helikalen Rektifikationsapparaturen und bestätigt auch die Ergebnisse aus Kapitel 2.

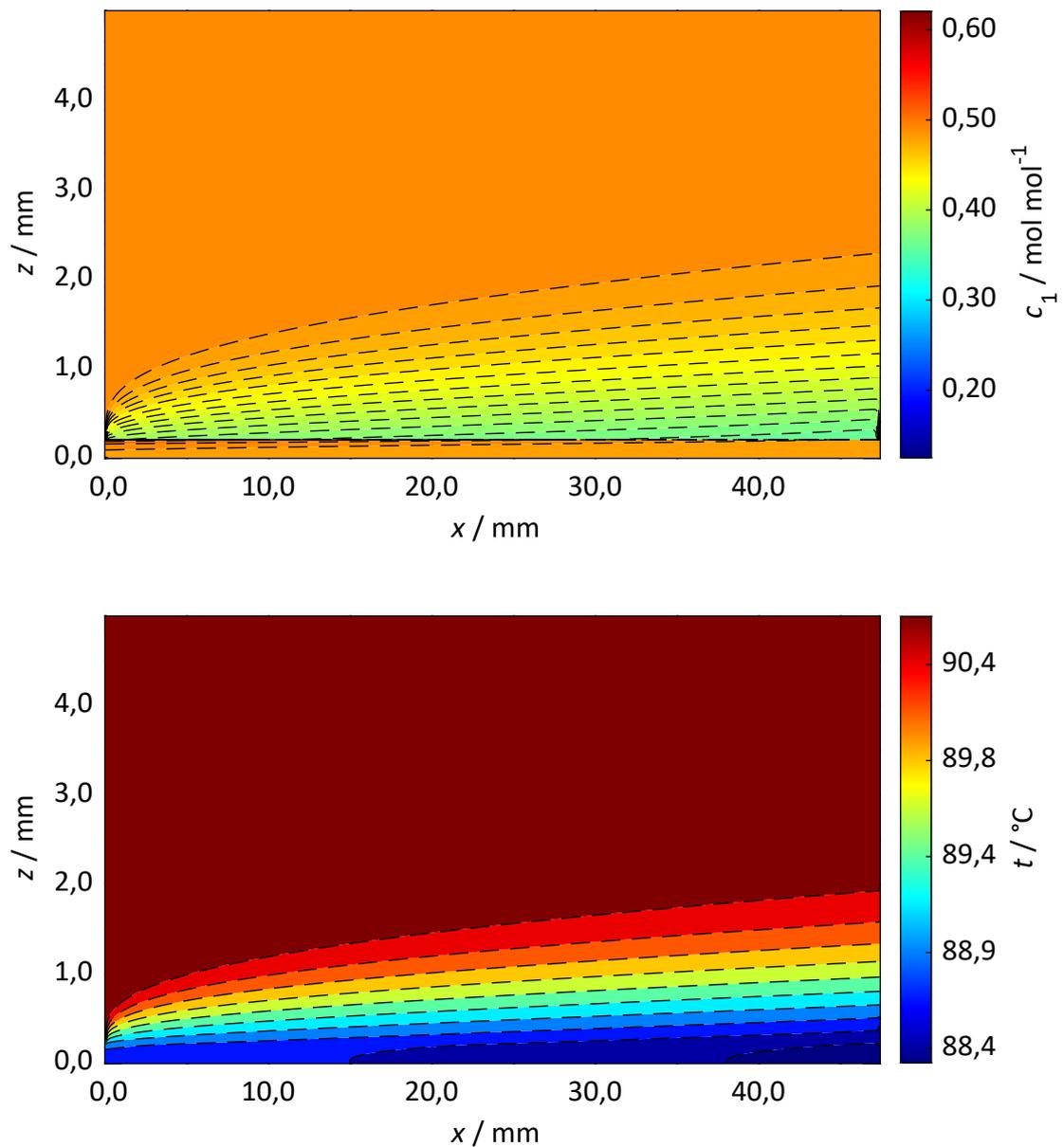


Abb. 4.5: Modelliertes Konzentrations- (oben) und Temperaturfeld (unten) für das lamina-re Filmmmodell für einen Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} einer äquimoleren Cyclohexan/n-Heptan-Mischung. Die modellierte Kanallänge entspricht dabei einer Windung. Die Kanalhöhe ist 5 mm. Als Randbedingung für den Kondensator wurde vollständiger Rücklauf angenommen. Gitterparameter entsprechend dem feinen Gitter ($V = 4$ in Tabelle B.1) im Anhang B.

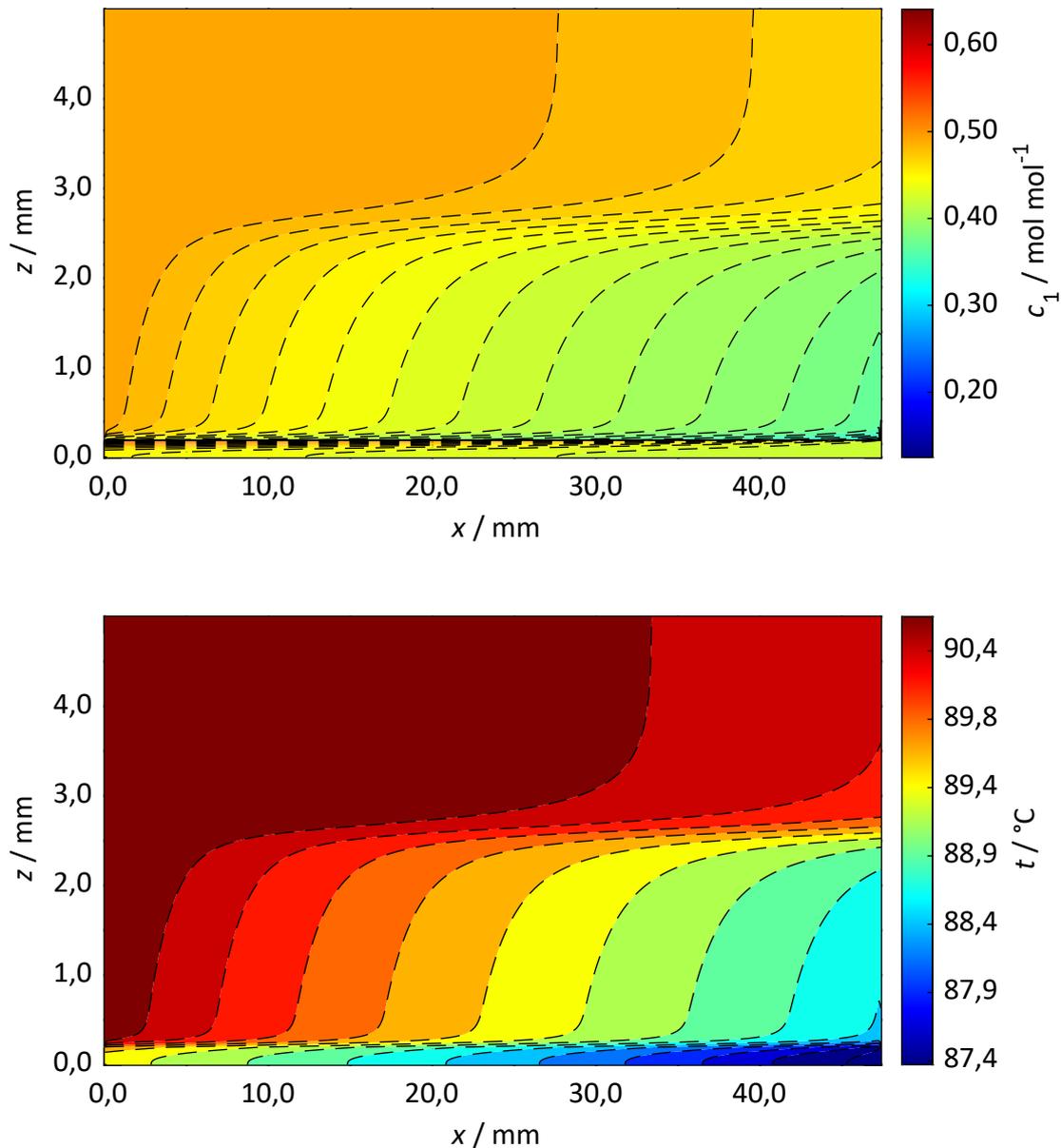


Abb. 4.6: Modelliertes Konzentrations- (oben) und Temperaturfeld (unten) für das GS-Modell für einen Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} einer äquimoleren Cyclohexan/n-Heptan-Mischung. Die modellierte Kanallänge entspricht dabei einer Windung. Als Randbedingung für den Kondensator wurde vollständiger Rücklauf angenommen. Gitterparameter entsprechend dem feinen Gitter ($V = 4$ in Tabelle B.1) im Anhang B.

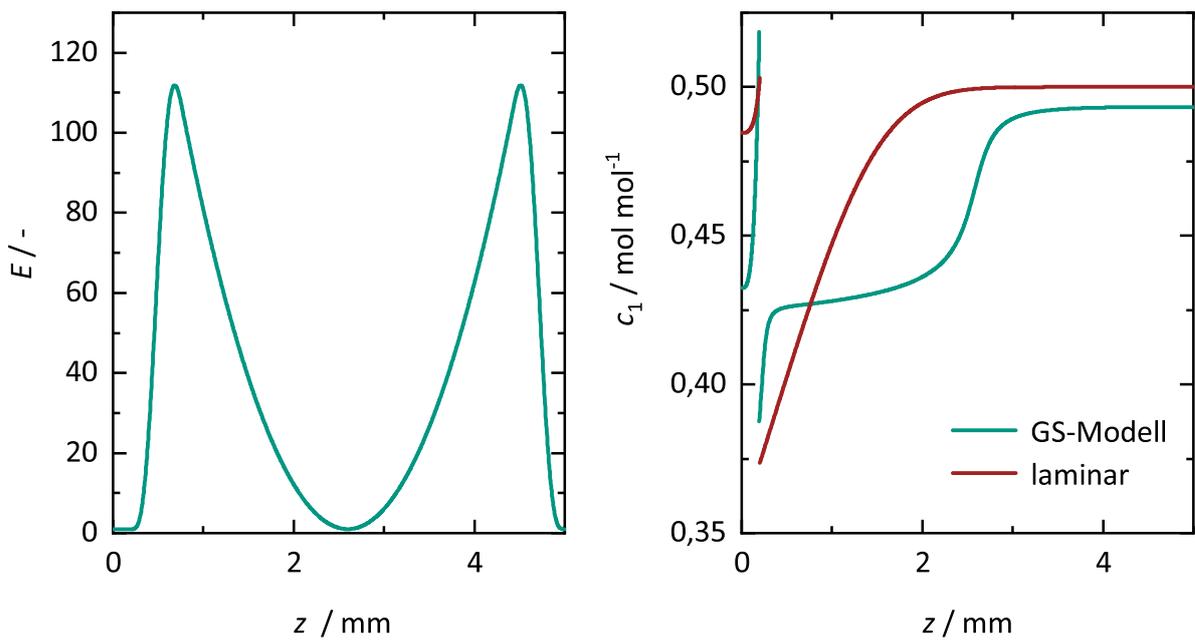


Abb. 4.7: Links: Verstärkungsfaktor E der Diffusion durch die Dispersion. Rechts: Konzentrationsprofil an Stelle $n_W = 0,5$. Beide für einen Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} einer äquimoleren Cyclohexan/n-Heptan-Mischung. Die modellierte Kanallänge entspricht dabei einer Windung. Als Randbedingung für den Kondensator wurde vollständiger Rücklauf angenommen. Gitterparameter entsprechend dem feinen Gitter ($V = 4$ in Tabelle B.1) im Anhang B.

4.4.3 Durchmischungslänge

Die Länge zwischen zwei Durchmischungspunkten ist ein kritischer Modell-Parameter. Über diesen Parameter kann der Einfluss einer weiteren Durchmischung aufgrund von Einbauten bzw. durch Einflüsse der (Sekundär-)Strömung in das Modell einbezogen werden. Die in Abbildung 4.8 dargestellten Ergebnisse der Variation der Durchmischungslänge zeigt, dass der Einfluss der zusätzlichen Durchmischung ab etwa 0,5 Windungen für beide Modelle abnimmt und die modellierte Trennleistung nimmt nahezu linear mit der Anzahl an Windungen bzw. der Länge zwischen zwei Durchmischungspunkten zu. Das Verhältnis der modellierten Trennleistungen für die zwei Modelle unterscheidet sich für verschiedene Kanallängen nicht signifikant. Zur Bestimmung der zusätzlichen Trennleistung von Kanallängen über $n_W = 2$ kann daher auch die Differenz aus zwei Simulationen mit einer Windungsanzahl >1 genutzt werden. Dieses Ergebnis ermöglicht es, den numerischen Aufwand, der mit L^2 skaliert, für die Modellierung größerer Apparate deutlich zu reduzieren. Gleichzeitig zeigt dieses Ergebnis aber den starken Einfluss der Durchmischung auf die Trennleistung bei kürzeren Abständen im Modell. Eine zusätzliche Durchmischung in der flüssigen Phase nach $x = 23,69 \text{ mm}$ ($n_W = 0,5$) bei einer modellierten Gesamtlänge von einer Windung, steigert die Trennleistung um 7 % auf 0,520 Stufen von 0,487 Stufen (ohne diese Durchmischung). Bei Durchmischung beider Phasen ergibt sich eine kalkulierte Trennleistung von 0,588 theoretischen Stufen (+20 %) pro Windung. Dies zeigt, dass der Stoffübergangswiderstand in beiden Phasen liegt. Im Vergleich dazu nimmt im laminaren Fall die modellierte Trennleistung bei einer zusätzlichen Durchmischung in der flüssigen Phase nur um 0,7 % zu, bei Durchmischung beider Phasen dagegen um 21 %.

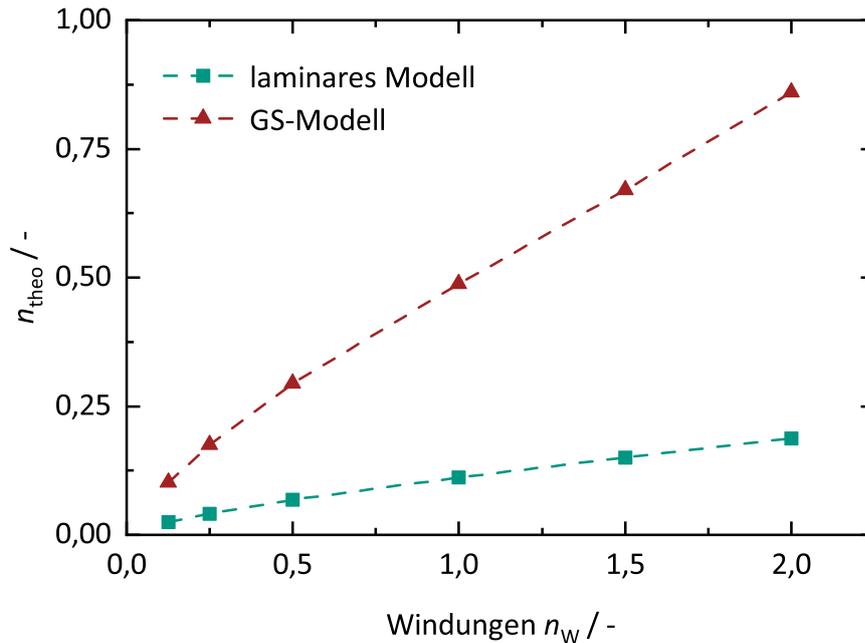


Abb. 4.8: Einfluss der Kanallänge für einen Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} einer äquimoleren Cyclohexan/n-Heptan-Mischung auf die modellierte Trennleistung. Als Randbedingung für den Kondensator wurde vollständiger Rücklauf angenommen. Gitterparameter entsprechend dem feinen Gitter ($V = 4$ in Tabelle B.1) im Anhang B.

4.4.4 Gasbelastung

Wie erwartet nimmt mit zunehmender Verdampferleistung die modellierte Trennleistung n_{theo} ab. Im laminaren Fall ist die Abnahme, wie in Abbildung 4.9 dargestellt, deutlich stärker. Bei Verdreifachung der Belastung von 150 g h^{-1} auf 450 g h^{-1} nimmt die Trennleistung um 53 % ab, während beim GS-Modell diese nur um 43 % abnimmt. Dieses Ergebnis unterstreicht auch nochmals, dass unter dem Gesichtspunkt möglichst hoher volumetrischer Trennleistungen $n_{theo,V}$ (vgl. auch Abschnitt 2.2.5), die Apparaturen mit einer möglichst hohen Belastung betrieben werden sollten, da die Trennleistungsabnahme im Vergleich zur Durchsatzmengensteigerung weniger abnimmt. Dies ist in guter Übereinstimmung mit Dercks [82, 83].

4.4.5 Kanalhöhe

Die Kanalhöhe hat einen maßgeblichen Einfluss auf die modellierte Trennleistung n_{theo} . Auch hier zeigt sich der positive Einfluss der Sekundärströmung. Die Abnahme mit zunehmender Kanalhöhe ist mit dem laminaren Modell stärker, wie in Abbildung 4.9 rechts dargestellt. So führt eine Reduktion der Kanalhöhe von 6 auf 4 mm zu einer Erhöhung der modellierten Trennleistung um 37,4%. Beim GS-Modell ist die Zunahme dagegen nur etwa halb so groß mit 18,3%. Das Verhältnis ist zudem jedoch relativ konstant unabhängig von der Länge zwischen zwei Durchmischungspunkten. Auf den

HETP Wert wirkt sich – offensichtlich – diese Abhängigkeit nochmals deutlich stärker aus, da die Höhe pro Windung proportional abnimmt. Für die Konstruktion der Apparate lässt sich folgern, dass die Kanalhöhe möglichst gering sein sollte.

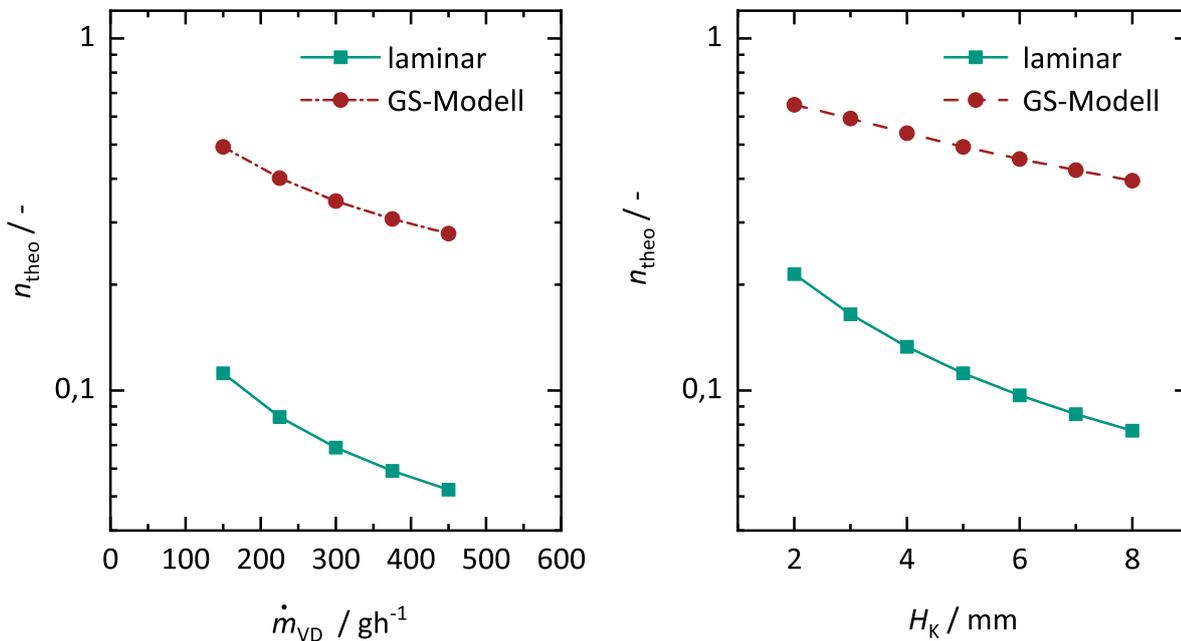


Abb. 4.9: Links: Einfluss der Verdampferleistung bei einer Kanalhöhe von 5 mm auf die Trennleistung. Rechts: Einfluss der modellierten Kanalhöhe für einen Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} auf die Trennleistung. Jeweils für das laminare und GS-Modell. Als Randbedingung für den Kondensator wurde vollständiger Rücklauf angenommen. Die modellierte Kanallänge entspricht einer Windung. Gitterparameter entsprechend dem feinen Gitter ($V = 4$ in Tabelle B.1) im Anhang B.

4.4.6 Poröse Einbauten

Die additive Fertigung ermöglicht es die Kanalwände um poröse Strukturen zu ergänzen – ähnlich der horizontalen Destillation (vgl. auch Abschnitt 2.2.2) – um dort die Flüssigkeit über die Kapillarkraft zu führen. Die Modellrechnungen in Abbildung 4.10 mit dem GS-Modell und einer solchen porösen Schicht zeigen, dass die modellierten Trennleistung mit zunehmender Schichthöhe deutlich abnimmt, selbst bei einer hohen angenommenen Porosität der Schicht von $\epsilon = 90\%$. Dies ist auf den höheren Stofftransportwiderstand in der Flüssigphase durch die deutlich längeren Diffusionswege aufgrund der größeren Flüssigkeitshöhe und die verringerte Diffusion durch die Einbauten zurückzuführen. Andererseits könnte die poröse Schicht den Flüssigkeitsmittress reduzieren und so höhere Gasbelastungen erlauben, was wiederum die geringere Trennleistung kompensieren könnte.

Ein vielversprechender Ansatz zur Trennleistungssteigerung ist, die symmetrische Positionierung der porösen Schicht auch an der „Decke“ des Kanals. Durch die Kapillarkraft

in den Poren könnte die Flüssigkeit dort gehalten werden und auf beiden Flächen strömen. Hierdurch kann die Übertragungsfläche verdoppelt werden. Was wiederum zu der erwarteten Trennleistungssteigerung führt, wie die Modellrechnungen zeigen (vgl. auch Abbildung 4.10). Die Steigerung ist mit kleiner werdender poröser Schichthöhe stärker. So nimmt die modellierte Trennleistung nur um ca. 50 % bei einer Gesamthöhe von $H_{\text{por}} = 1,25 \text{ mm}$ durch die symmetrische Verteilung zu, wohingegen bei $H_{\text{por}} = 0,25 \text{ mm}$ um 80 %. Dies ist auf den abnehmenden Stofftransportwiderstand in der flüssigen Phase zurückzuführen. Die charakteristische Diffusionszeit τ ist proportional zu H_{por}^{-2} . In letzterem Fall wurden auch höhere Werte als ohne Einbauten erzielt.

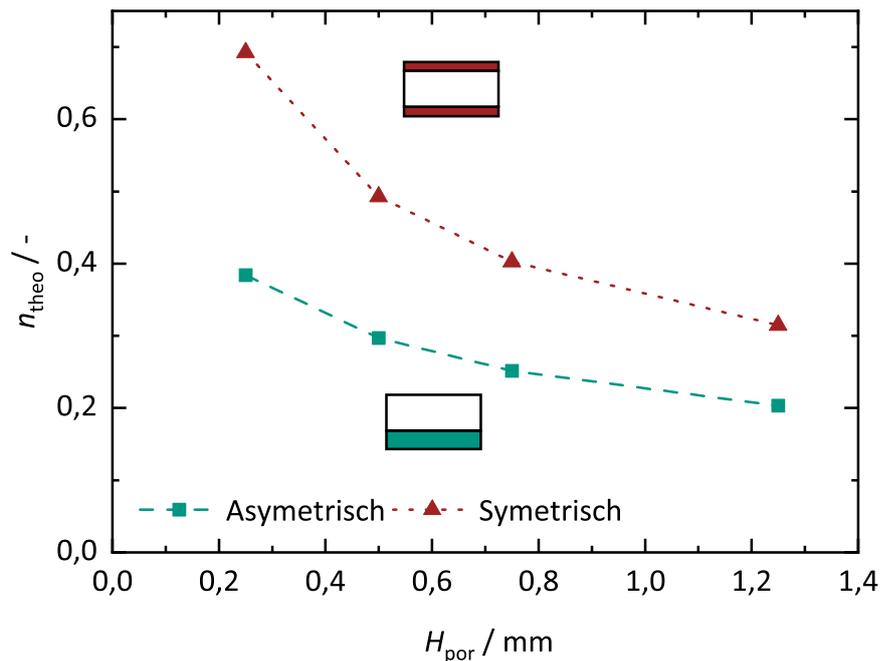


Abb. 4.10: Einfluss der modellierten Höhe einer porösen Schicht H_{por} für einen Verdampfermassenstrom von $\dot{m} = 150 \text{ g h}^{-1}$ einer äquimolaren Cyclohexan/Heptan-Mischung auf die Trennleistung. Als Randbedingung für den Kondensator wurde vollständiger Rücklauf angenommen. Die modellierte Kanallänge entspricht einer Windung. Gitterparameter entsprechend $V = 4$ nach Tabelle B.1 im Anhang B.

4.5 Bedeutung für die Apparategestaltung

Insgesamt erlaubt die Modellierung folgendes Fazit: Ein Vergleich des laminaren mit dem GS-Modell zeigt, dass die helikale Strömungsführung zu einer deutlichen Trennleistungssteigerung im Modell führt. Für die geometrische Auslegung hat sich gezeigt, dass der Einfluss der Kanalhöhe kritisch ist und möglichst geringe Kanalhöhen anzustreben sind. Eine zusätzliche Durchmischung der Gasphase kann die Trennleistung deutlich verstärken. Poröse Einbauten zur Flüssigkeitsführung sollten möglichst dünn sein und symmetrisch angebracht werden, um eine Reduktion der Trennleistung durch einen zusätzlichen Stofftransportwiderstand zu vermeiden.

Kurzzusammenfassung

In diesem Kapitel wurde ein Modell der hydrodynamischen Analogie für helikale Rektifikationsapparatur entwickelt. Die Strömung in den Apparaten wird dabei zu einer 2D-Strömung vereinfacht und mit dem Geschwindigkeitsprofil die Konvektions-Diffusions-Gleichung numerisch gelöst. Der Einfluss der Sekundärströmung wird durch ein Grenzschichtmodell basierend auf Mori et al. [127] mit Hilfe dessen ortsabhängige Dispersionskoeffizienten berechnet werden in das Modell einbezogen.

Die Modellierungsergebnisse zeigen durch einen Vergleich mit einem laminaren Filmmodell, dass durch die Sekundärströmung die modellierte Trennleistung um den Faktor vier verstärkt werden kann. Bei einer Ganghöhe von 5 mm werden HETP Werte bis zu 11 mm modelliert. Eine Parameterstudie ergab, dass insbesondere die Kanalhöhe und die Gasbelastung kritische Einflussfaktoren sind. Beispielsweise führt eine Reduktion der Kanalhöhe von 6 auf 4 mm zu einer Erhöhung der modellierten Trennleistung um 37,4 % mit dem laminaren Strömungsmodell bzw. 18,3 % beim GS-Modell. Eine zusätzliche Durchmischung der Gas- und Flüssigphase ist laut der Modellierung auch vorteilhaft.

Nach dem typischen Vorgehen in der Produktentwicklung müssen die Anforderungen an einen technischen Apparat vor der Konstruktion detailliert definiert werden [147]. Insbesondere müssen die Systemgrenzen und Schnittstellen festgelegt werden. Daher wird, aufbauend auf den vorherigen Kapiteln, zunächst das konzeptionelle Design präsentiert. Dieses ist noch losgelöst von den Fertigungsrestriktionen. Anschließend werden die detaillierten Anforderungen an die Apparate festgelegt.

5.1 Konzeptioneller Aufbau und Systemgrenzen

Ausgehend von der Literaturstudie in Kapitel 2 und den Modellierungsergebnissen aus Kapitel 3 und 4 wurde das Grundprinzip für die additive gefertigten Rektifikationsapparaturen auf die helikale Strömungsführung festgelegt. Die sich daraus ergebende Prinzipskizze ist in Abbildung 5.1 mit den definierten Systemgrenzen dargestellt. Der Kondensator und der Verdampfer liegen dabei außerhalb der Systemgrenzen. Dies ermöglicht ein genaues Bild über die Wärmeverluste und Ströme innerhalb des Apparates (vgl. auch [16]) und erlaubt daher eine präzisere experimentelle Validierung in Kapitel 9. Für den kontinuierlichen Rektifikationsbetrieb ist das Konzept um einen Zulauf und die Möglichkeit die Produkte abzuziehen zu erweitern. Über die Systemgrenzen werden aber nicht nur Stoffströme geführt, sondern zudem kommt es zu einem Wärmestrom aufgrund der Wärmeverluste. Außerdem muss eine Haltekraft zur Fixierung der Apparate über eine Haltevorrichtung aufgebracht werden.

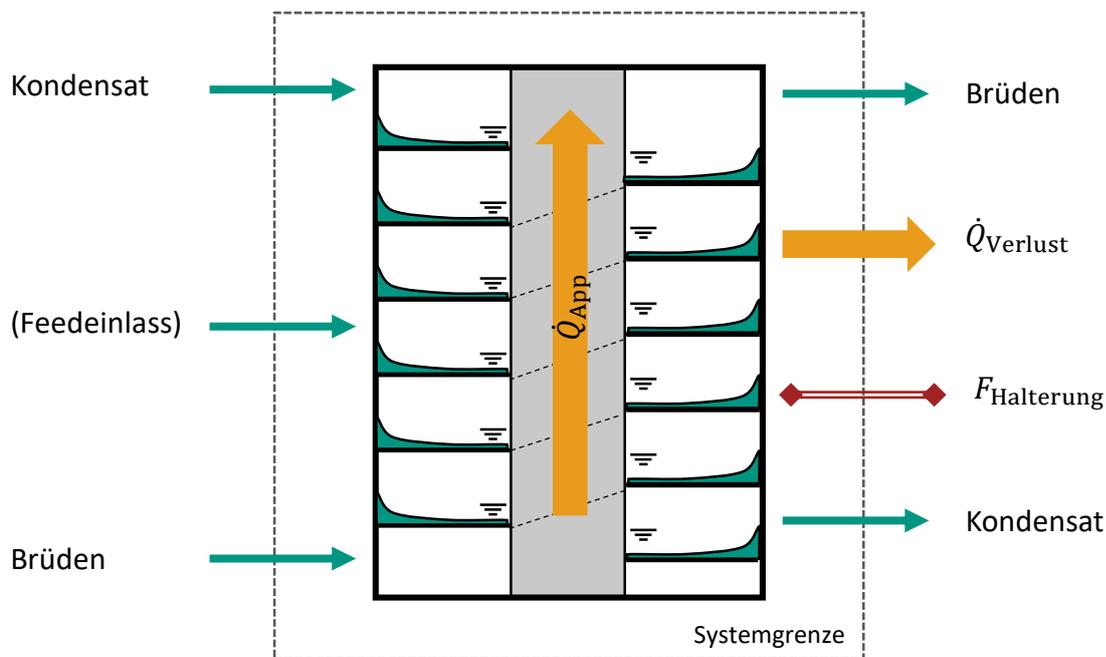


Abb. 5.1: Schematische Darstellung der helikalen Rektifikationsapparatur mit der Systemgrenze als Beschreibung für den Gestaltungsraum. Ein- und ausgehende Stoff- und Wärmeströme sind mit grünen bzw. orangen Pfeilen dargestellt. In Rot wird die Kraft für die Halterung bezeichnet. Darüber hinaus ist der Wärmestrom \dot{Q} innerhalb des Apparates dargestellt, da dieser eine weitere zu berücksichtigende Größe darstellt.

5.2 Anforderungen

In Tabelle 5.1 ist eine Liste der erarbeiteten Anforderungen zur Übersicht angeführt. Die Kernanforderung ist die Gegenstromführung von Gas und Flüssigkeit durch einen helikalen Kanal mit geringer Ganghöhe. Die Zielanwendung (vgl. auch Kapitel 1) für die Apparate ist die atmosphärische Rektifikation von Kohlenwasserstoffen, daher sind keine Bedingungen an die Überdruckfestigkeit gegeben. Die verwendeten Materialien müssen jedoch beständig gegenüber diesen Stoffen sein, daher sollen die Apparate aus Edelstahl gefertigt werden. Aufgrund der Brennbarkeit und der Toxizität der Einsatzstoffe ist die Dichtigkeit des Apparates eine weitere Anforderung.

Für die Haltekräfte und Stoffströme müssen entsprechende Schnittstellen vorgesehen werden. Um ein möglichst agiles Testen verschiedenster Apparate zu ermöglichen, sollten sowohl die mechanische Fixierung als auch die Konnektoren der Prozessströme einen schnellen Wechsel der Apparate ermöglichen. Die Gestelle von Laboranlagen werden typischerweise aus Aluminiumstrebenprofilen erbaut. Eine Fixierung an ein solches Profil sollte daher möglich sein, aber keine starken Wärmeverluste verursachen. Rohrleitungssysteme werden typischerweise aus Edelstahlrohren bzw. PTFE-Schläuchen (für flexible Verbindungen) über Schneidringverbindungen aufgebaut.

Die Rektifikationsapparatur sollte möglichst einteilig gefertigt werden. So soll der Einfluss der Randgängigkeit und von Übergangsstellen zwischen den Apparaten – wie sie typischerweise bei kleinen Laborkolonnen auftreten [88] – reduziert werden. Dies trifft insbesondere auf die Apparate für die Untersuchungen zur grundsätzlichen Eignung des entwickelten Konzepts zu. Die maximale Größe der Apparate wird durch das gewählte AM-System festgelegt.

Die Wärmeleitung im Apparat soll möglichst gering sein, um die schon in Abschnitt 2 beschriebenen Herausforderungen des Wärmemanagements zu verringern. Zur Reduktion der Wärmeleitung und zur gleichzeitigen Erhöhung der Raumausnutzung ist der Apparat dünnwandig auszuführen. Der Wärmeverlust an die Umgebung muss zudem durch ein geeignetes Isolationskonzept vermindert werden.

Die Apparate sollen eine fertigungsgerechte Gestalt haben. Die fertigungstechnischen Anforderungen werden im nächsten Kapitel detailliert beschrieben.

Tab. 5.1: (Haupt-)Anforderungsliste für die Konstruktion der Rektifikationsapparatur. Dabei wird nach Forderung (F) und Wunsch (W) unterschieden. Daneben werden die Anforderungen noch als verfahrenstechnisch (VT), fertigungstechnisch (FT) bzw. mechanisch (Mech) kategorisiert.

Anforderung	Typ	Kategorie
Helikaler Kanal mit geringer Ganghöhe und variabler Windungszahl	F	VT
Dünnwandig zur Reduktion der Wärmeleitung	F	VT
Gasdichte Wände	F	VT
Thermische Isolation der Apparate	W	VT
Zusätzliche Durchmischungseinbauten	W	VT
Anschlussmöglichkeit für Edelstahl- oder PTFE-Leitungen	F	Mech
Einteiliger Apparat	W	FT
Maximale Baugröße durch AM-System festgelegt	F	FT
Fertigungsgerechte Gestalt	F	FT
Fixierung der Apparate an Aluminiumstrebenprofilen	F	Mech

Hintergrund und Gestaltungsrichtlinien der genutzten additiven Fertigungsverfahren

Die Konstruktion für die additive Fertigung setzt fundierte Kenntnisse der Fertigungsschritte voraus [25, 26]. Daher werden im Folgenden die Funktionsweisen der hauptsächlich genutzten Verfahren vorgestellt: PBF-LB/M und BJT/M. Beides sind pulverbettbasierte Verfahren. Aufgrund der noch nicht vollständig etablierten Gestaltungsrichtlinien für das BJT/M-Verfahren (in Teilen in [26], [148] und [149] gegeben) wird im Vergleich zum PBF-LB/M-Verfahren (vgl. hierzu auch [25, 26]) auf dieses Verfahren umfangreicher eingegangen. Dieses Kapitel beruht in Teilen auf den Veröffentlichungen [3, 4] des Autors.

6.1 Pulverbettbasiertes Schmelzen von Metallen mittels Laser (PBF-LB/M)

Beim pulverbettbasierten Schmelzen von Metallen mittels Laser PBF-LB/M – auch häufig als selektives Laserschmelzen (englisch: selective laser melting, SLM) oder Laser Powder Bed Fusion (LPBF) bezeichnet – wird das Metallpulver über einen oder mehrere Laserstrahlen aufgeschmolzen. Das CAD-Modell des Bauteils wird dazu in einer sogenannten Slicing-Software in einzelne Schichten zerlegt und daraus die Lasertrajektorien berechnet. Diese Trajektorien werden dann dem PBF-LB/M-System übergeben.

Der Beschichter trägt zuerst eine Pulverschicht im Bereich von einigen μm – typischerweise $50\ \mu\text{m}$ – auf die Bauplattform auf (vgl. auch Abbildung 6.1). Anschließend wird der Laserstrahl über eine Optikeinheit mit beweglichen Spiegeln entlang der Trajektorien geführt. Hierdurch wird das Metallpulver lokal aufgeschmolzen. Um eine ungewollte Oxidation des Metalls zu vermeiden, wird die Baukammer während des Fertigungsprozesses mit Inertgas, wie Argon oder Stickstoff, permanent geflutet. Durch eine Gasströmung durch den Bauraum werden die beim Aufschmelzen entstehenden Schmauchpartikel entfernt. Die Gasströmung kann somit die Bauteilgüte beeinflussen [150]. Anschließend wird die Bauplattform abgesenkt und eine neue Pulverschicht aufgetragen. Der Prozess wiederholt sich bis zur endgültigen Bauteilhöhe.

Nach dem Prozess muss das nicht aufgeschmolzene Pulver entfernt werden, insbesondere auch aus innenliegenden Kanälen des Bauteils. Die Bauplattform und eventuell für den Bauprozess notwendige Stützstrukturen müssen abschließend durch konventionelle Verfahren (z. B. Sägen, Drehen, Fräßen oder Erodieren) entfernt werden. Teilweise ist auch ein Spannungsarmglühen der Teile mit der Bauplatte zuvor notwendig. Je nach Anforderung an die Oberflächengüte des Bauteils folgen weitere Nachbearbeitungsschritte, z. B. Sandstrahlen zur Verminderung der Oberflächenrauigkeit.

Von entscheidender Bedeutung für die Qualität der Bauteilgüte sind die Prozessparameter und die Belichtungsstrategie. Die Laserparameter (wie Geschwindigkeit, Größe und Leistung) müssen so gewählt werden, dass es zu einem durchgehenden Aufschmelzen des Pulvers kommt und es zu einer Verbindung mit der erstarrten Schmelze der darunterliegenden Schicht kommt. Mit geeigneten Parametern und einer zweifachen Belichtung erreicht das PBF-LB/M-Verfahren relative Bauteildichten von bis zu 99,9 % bei Edelstahl [151].

Durch den Laser wird in einem eng begrenzten Bereich eine hohe Energiemenge eingebracht. Die daraus folgenden Temperaturgradienten führen zu Eigenspannungen im Material [152, 153]. Hierdurch entstehende Verformungen können so stark sein, dass es zu einem Prozessabbruch kommt. Bereiche, die nicht von bereits abgeschmolzenem Material unterlegt sind – sogenannte Überhänge – sind besonders kritische Stellen, da die Wärmeleitung in diesen Bereichen deutlich schlechter ist und zudem die Absorption der Strahlung höher ist. Die heißere Schmelze wird dadurch fließfähiger. Sie fließt mehr in das Pulverbett und verbindet sich damit. Dadurch wird die Oberflächenqualität an solchen Stellen deutlich schlechter bis hin zu einer spannungsinduzierten Verformung des Bauteils, wodurch die Beschichterlippe beschädigt werden kann. Aus diesem Grund müssen diese Bereiche, wie Überhänge, gegebenenfalls durch Stützstrukturen verstärkt werden (vgl. auch den nachfolgenden Absatz zu den Gestaltungsrichtlinien). Um die Spannungen in größeren Flächen zu reduzieren, werden diese in kleinere Flächen eingeteilt und belichtet [154, 155].

6.1.1 PBF-LB/M-System

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das PBF-LB/M-System Realizer 125 (DMG Mori, Deutschland) verwendet. Das System umfasst einen 400 W Yttrium-Faserlaser und ein F- Θ -Linsensystem. Zwei Rakel werden in einem Abstand von ca. 5 cm mit Abstreiflippen aus Silikon zum Auftragen des Pulvers verwendet. Eine Besonderheit dieses System ist, dass der Rakel eine rotatorische Bewegung ausführt und das Pulver ähnlich einem Scheibenwischer aufbringt. Dies führt zu örtlich verschiedenen Geschwindigkeiten des Rakels. Zudem wird das überschüssige Pulver beim Auftragen nicht verworfen, sondern weiter genutzt. Dies kann dazu führen, dass sich gröbere Partikel und Schmauch über

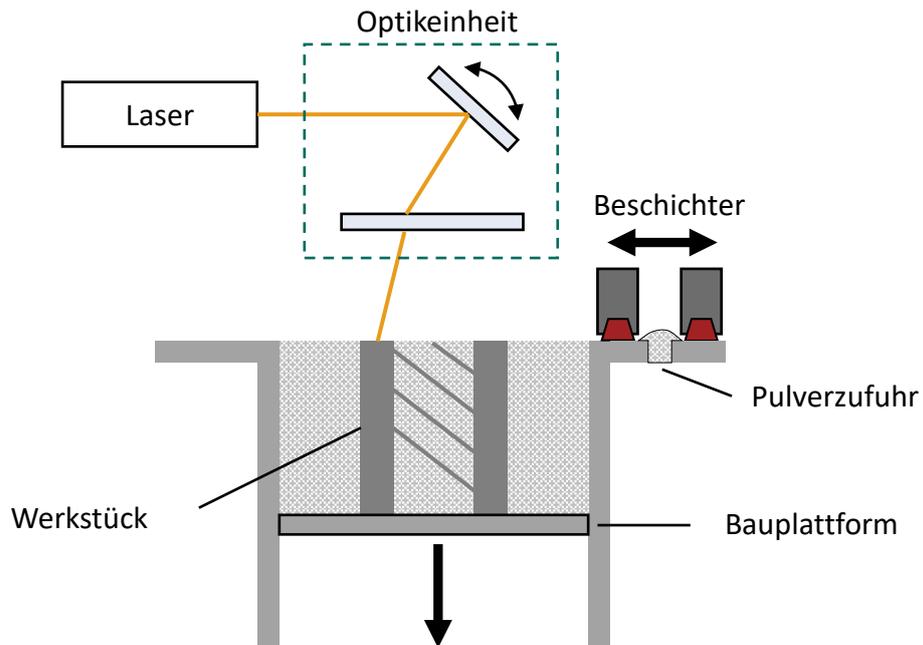


Abb. 6.1: Schematische Zeichnung des Aufbaus eines typischen Systems nach dem PBF-LB/M-Verfahren.

die Bauzeit im Pulvervorrat zwischen den zwei Rakeln akkumulieren. Die quadratische Bauplattform hat eine Größe von $125 \times 125 \text{ mm}^2$. Die maximale Bauhöhe ist auf 200 mm begrenzt. Diese Höhe schließt die Bauplattform mit ein, sodass die maximale effektive Bauteilhöhe ca. 190 mm beträgt. Im Rahmen dieser Arbeit wurde zur Fertigung von Bauteilen Edelstahl (1.4404) Pulver mit einer Partikelgröße von $10 \mu\text{m}$ bis $45 \mu\text{m}$ (Carpenter Additive, Vereinigtes Königreich) verwendet. Das System ist mit einem internen Pulverrecycling-System mit Ultraschallsieb ausgestattet. Im Anhang C sind die Partikelgrößenverteilung von recyceltem und frischem Pulver dargestellt.

6.1.2 Gestaltungsrichtlinien

In Tabelle 6.1 sind die wichtigsten Gestaltungsrichtlinien für die Fertigung von Teilen aus Edelstahl (1.4404) mit dem PBF-LB/M-Verfahren verzeichnet. Zu berücksichtigen ist bei diesen Angaben, dass diese individuell von der Bauteilgeometrie und dem genutzten System abhängen und als Richtwerte anzusehen sind.

Tab. 6.1: Gestaltungsrichtlinien für das PBF-LB/M-Verfahren mit dem Werkstoff 1.4404 [25, 26].

Eigenschaft	Wert
Freiwinkel	$\leq 45^\circ$ bis 60°
Mindestwandstärke	$\geq 300 \text{ mm}$ bzw. $\geq 1 \text{ mm}$
Mindestkanaldurchmesser	$\geq 500 \mu\text{m}$

Aufgrund der geringen typischen Aufbauraten von $\text{cm}^3 \text{h}^{-1}$ ist die wichtigste Gestaltungsrichtlinie, dass das Materialvolumen so gering wie möglich sein sollte. Für dünnwandige Teile werden Wandstärken von mindestens 1 mm empfohlen, um diese stabil und fehlerfrei fertigen zu können [26]. Die technisch realisierbare untere Grenze, die in der Literatur angegeben wird, liegt bei 0,3 mm. Dies wird in Kapitel 7 detaillierter behandelt.

Wie bereits erwähnt, können nur Überhänge bis zu einem Grenzfriewinkel direkt gefertigt werden. Die Probleme mit schrägen Oberflächen werden in der Regel entweder durch den Einsatz von Stützstrukturen oder durch eine Neuausrichtung und Neupositionierung des Teils im PBF-LB/M-System vermieden, so dass es gar nicht erst zu kritisch schrägen Oberflächen kommt [156–158]. Die Entfernung der Stützstrukturen ist dabei ein arbeitsintensiver Schritt, der 20 % bis 40 % der Fertigungskosten ausmachen kann [159]. Eine alternative Methode ist die nasschemische Entfernung. Der Abtrag von 0,1 mm bis 0,2 mm ist jedoch insbesondere bei feinen Strukturen zu beachten [160]. Der Friewinkel, also der Winkel bis zu dem überhängende Flächen gegenüber der Senkrechten ohne Stützstrukturen gefertigt werden können, beträgt etwa 45° bis 60° . Dieser Wert hängt auch von der Geometrie ab [25, 26]. Zudem sollte bei der Gestaltung die Entpulverung – insbesondere in kleinen Kanälen – bedacht werden. In engen Bereichen wird die Entpulverung durch anhaftendes Pulver erschwert, sodass Kanäle mindestens einen Durchmesser von 0,5 mm haben sollten [26].

6.2 Freistrah-Bindemittelauftrag auf Metalle (BJT/M)

Das BJT/M-Verfahren ist ebenso ein pulverbettbasiertes, mehrstufiges, additives Fertigungsverfahren. Der Prozess ist in Abbildung 6.2 dargestellt. Das Pulver wird zwischen den Schichten nicht aufgeschmolzen, sondern über ein Bindemittel zu einem sogenannten Grünkörper verbunden. Dies ermöglicht es verschiedenste Materialien zu verarbeiten. So sind Verfahren für Kunststoffe, keramische Stoffe bis hin zu z. B. Sand für Gussformen entwickelt worden und kommerziell erhältlich [25, 161]. Der Druck des Binders erfolgt im sogenannten Tintenstrahl-Verfahren (englisch: Ink-Jet), das auch im Papierdruck verwendet wird. Der Druckkopf besteht aus einer Vielzahl an Düsen und kann größere Flächen gleichzeitig bedrucken. Durch das Pulverbett werden die Grünkörper ausreichend stabilisiert und es kann direkt ohne Anbindung an die Bauplattform in das Pulver gedruckt werden, da der Prozess ohne hohen Wärmeeintrag erfolgt. Dies erlaubt es die Bauteile dichter zu packen und spart die notwendigen Stützstrukturen und insbesondere auch die mechanische Entfernung von eben diesen. Durch diese Vorteile eignet sich das Verfahren mehr als das PBF-LB/M-Verfahren für Kleinserien [162, 163]. Nach dem Druck wird der Binder mit dem gesamten Pulverbett ausgehärtet. Im nächsten Schritt

muss das überschüssige Pulver entfernt werden. Abschließend werden die noch fragilen Grünkörper entbindert und im Falle von Edelstahl unter Wasserstoffatmosphäre gesintert. Die Bauteile schrumpfen im Sinterprozess. So haben die Grünteile typischerweise eine relative Dichte von etwa 51 % bis 57 % und erreichen eine relative Dichte nach dem Sintern von bis zu 97 % (Edelstahl 1.4404) [164]. Im Vergleich zum PBF-LB/M-Verfahren führt die geringere Pulvergröße zu besseren Oberflächen [165, 166].

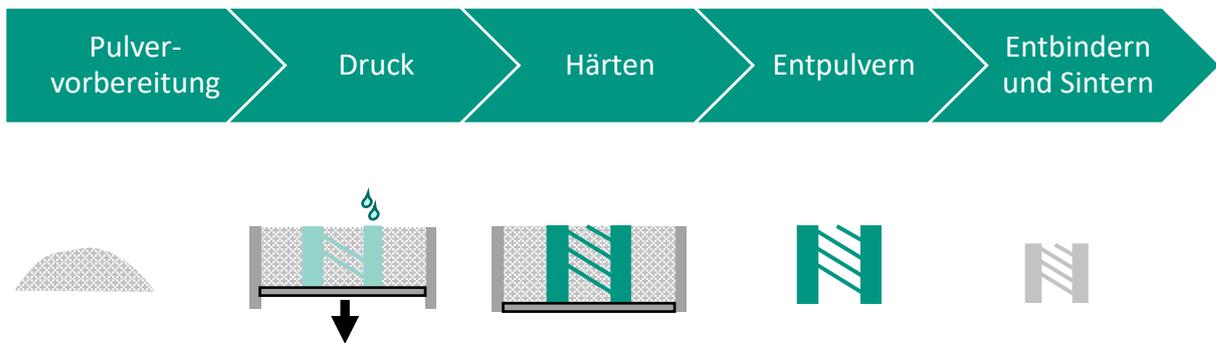


Abb. 6.2: Schematische Darstellung der BJT/M-Prozesskette.

6.2.1 BJT/M-System

Für die BJT/M-Apparate wurde das System P2500 von Digital Metal (Schweden) mit dem zugehörigen Bindersystem verwendet. Der Bauraum hat die Maße $203 \times 180 \times 69 \text{ mm}^3$. Der Härtungs- ($200 \text{ }^\circ\text{C}$) und der Entbinderungsschritt ($450 \text{ }^\circ\text{C}$) erfolgte unter Sauerstoffatmosphäre in konventionellen Laboröfen (Nabertherm, Deutschland). Der Sinterprozess erfolgte unter Wasserstoffatmosphäre in Kaltwandretortenöfen (MUT, Nabertherm oder Caroblite Gero, alle aus Deutschland). Die Bauteile wurden aus Edelstahlpulver (Digital Metal, Schweden ($d_{3,90} = \text{ca. } 30 \mu\text{m}$)) gefertigt.

6.2.2 Gestaltungsrichtlinien

Die im Folgenden gemachten Angaben hinsichtlich Wandstärken etc. beziehen sich auf die Prozesskette des Herstellers Digital Metal und die damit gemachten Erfahrungswerte. Aufgrund anderer Bindersysteme weichen die Eigenschaften anderer Hersteller in der Regel ab. Für diese Systeme sei auf die entsprechenden Herstellerangaben [167] und Literaturangaben [26, 148] verwiesen. Vom Hersteller Digital Metal (Schweden) wurden die in Tabelle 6.2 verzeichneten Gestaltungsrichtlinien gegeben [164].

Aufgrund des nicht thermischen Auftrags des Binders kann grundsätzlich auch in das Pulverbett gedruckt werden. Zu beachten ist, dass die Benetzung in diesen ersten Schichten schlechter ist und es so zu einer rauheren Oberfläche kommt. Dies kann vermieden werden, wenn in geringem Abstand schon eine Schicht gedruckt wird und so eine Vorbenetzung des Pulvers erfolgt.

Tab. 6.2: Gestaltungsrichtlinien des Herstellers für das genutzte Digital Metal P2500 System. Die Größenangaben beziehen sich auf die fertigen Teile [164].

Eigenschaft	Wert
Maximales Abmaß der Teile	$\leq 50 \text{ mm}$
Minimale Größe	$1 \times 1 \times 3 \text{ mm}^3$
Auflösung	$35 \mu\text{m}$
Mindestwandstärke	$\geq 300 \mu\text{m}$ bzw. $\geq 150 \mu\text{m}$
Löcher	$\geq 200 \mu\text{m}$

Ein wichtiger Schritt ist die Entpulverung, die bei der Konstruktion schon einbezogen werden muss und den Gestaltungsraum einschränkt [168]. Die manuelle Entpulverung der sehr filigranen Grünkörper ist hauptsächlich vom Fingerspitzengefühl und der Erfahrung des Ausführenden abhängig. So ergibt sich die Mindestgröße der Teile daraus, dass die Teile noch sicher aus dem Pulverbett entnommen und entpulvert werden müssen. In Abbildung 6.3 links sind die Schäden durch einen zu starken und falsch geführten Druckluftstrahl dargestellt. Wird der Druckluftstrahl zu stark auf einen Punkt gerichtet bzw. wirbelt zu viel Pulver auf, so können durch die abrasive Wirkung die Teile beschädigt werden. Hierdurch können auch Wände mit einer Wandstärke von $s = 2 \text{ mm}$ beschädigt werden. Durch seitliches und langsames Entpulvern können solche Schäden vermieden werden und selbst Wandstärken von $s = 0,15 \text{ mm}$ sind möglich.

Das in Abbildung 6.3 rechts dargestellte Testteil aus verschiedenen Röhren mit unterschiedlichen Durchmessern, Längen und Wandstärken verdeutlicht den Einfluss der gesamten Gestalt auf die Fertigbarkeit eines Teils. Dieses wird mit zunehmender Rohrlänge fragiler. So waren die Testteile mit einer Rohrlänge von 3 cm und Wandstärken zwischen $0,075 \text{ mm}$ bis $0,3 \text{ mm}$ nicht stabil genug für die Entpulverung und konnten nicht entpulvert werden, wohingegen die Entpulverung bei einer Rohrlänge von 1 cm gelang.

Ein kritischer Effekt bei stark gefüllten Baukammern ist zudem das Verkleben des losen Pulvers. Dies führt dazu, dass zur Lockerung des Pulvers starke Schüttelbewegungen oder das direkte Auftreffen der Druckluft notwendig sind. Dies schränkt die Fertigung von feinen Strukturen nochmals deutlich ein. Insgesamt ist die Fertigung von innenliegenden Kanälen aufgrund dieser Effekte sehr schwer [168, 169].

Einer der entscheidenden Schritte für die Form- und Maßhaltigkeit ist der Einbezug der Sinterung in die Konstruktion der Teile. Wie erwähnt, kommt es zu einer deutlichen Volumenabnahme der Teile beim Sintern. Dadurch ist die Gewährleistung der Formtreue herausfordernd. Durch Richtwerte kann die Formänderung abgeschätzt werden und muss ggf. iterativ an die genaue Geometrie angepasst werden. Bei hohen Anforderungen an die Maßhaltigkeit müssen die Teile aber mit Übermaßen produziert werden, um

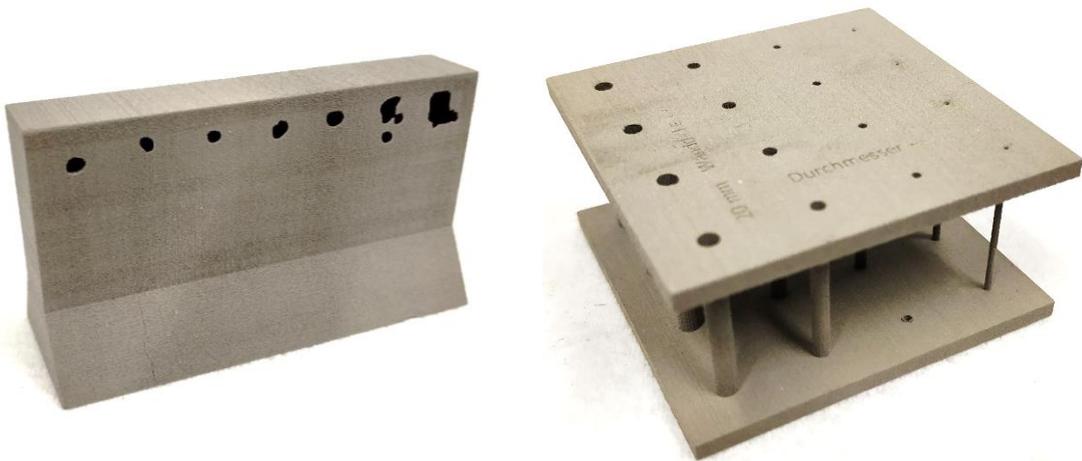


Abb. 6.3: Grünteile mit typischen Defekten durch die Entpulverung. Links: Testteil mit verschiedenen Wandstärken, die durch direktes Auftreffen der Druckluft zerstört wurden. Rechts: Testteil aus Röhren mit verschiedenen Durchmessern und Wandstärken. Mit abnehmender Wandstärke und Durchmesser nimmt die Wahrscheinlichkeit eines Defekts bei Druck und Entpulverung zu.



Abb. 6.4: Verfestigtes Pulver nach der Härtung des Binders am Beispiel der HeliDist-Einheit im BJT/M-Design (vgl. auch 8.3). Im vorderen, markierten Bereich ist verfestigtes Pulver aus einem spiralförmigen Kanal dargestellt. Zudem zeigt das teilweise entpulverte Pulverbett im hinteren Teil des Bildes die hohe Stabilität von eben diesem.

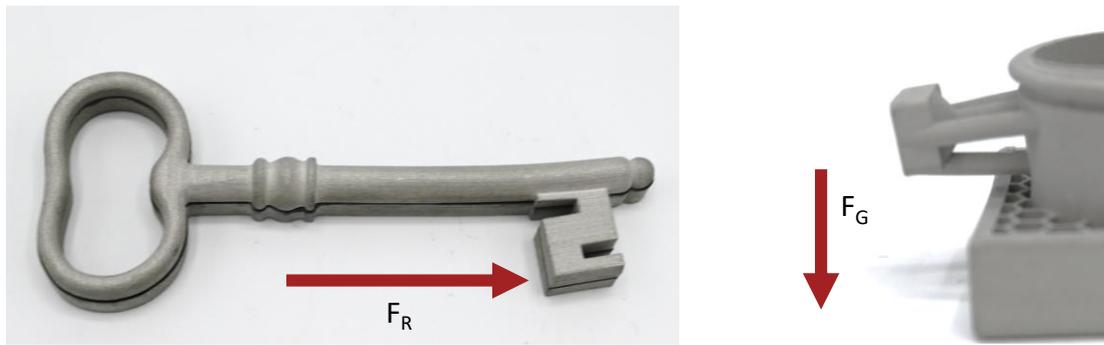


Abb. 6.5: Verformungen aus dem Sinterprozess. Links: Aufgrund ungleichmäßiger Reibkräfte. Rechts: Aufgrund des Eigengewichts in Folge mangelnder Abstützung.

mit konventionellen Nachbearbeitungsschritten die Maßhaltigkeit zu gewährleisten. Bei der Konstruktion und der Ausrichtung im Sinterofen müssen Verformungen unter dem Eigengewicht der Teile beachtet werden. Zwar können größere Überhänge als Grünkörper hergestellt werden, werden diese jedoch beim Sintern nicht ausreichend gestützt, kommt es zu einem Durchhängen, wie in Abbildung 6.5 rechts dargestellt. Zur Prävention dieses Effektes können gedruckte Stützstrukturen genutzt werden, die mittels eines Trennmittels (Aluminiumoxid, Zirkonoxid o.Ä.) die Trennung vom fertigen Bauteil erlauben.

Durch die Volumenreduktion bewegen sich die Teile im Sinterprozess auf der Unterlage. Dieser Bewegung wirkt die Reibkraft zwischen dem Bauteil und der Unterlage entgegen. Ist die Auflagefläche ungleichmäßig verteilt, kann es dadurch, wie in Abbildung 6.5 links am Beispiel eines Schlüssels verdeutlicht, zu einer Verformung des Bauteils kommen. Durch eine gedruckte Unterlage mit größerer Auflagefläche kann dies vermieden werden.

6.3 Fazit

In diesem Kapitel wurden die additiven Fertigungsverfahren, die in der Arbeit verwendet wurden, vorgestellt. Die Gestaltungsrichtlinien, die sich aus diesen Verfahren ergeben, wurden anhand der Prozesse erläutert. Beim PBF-LB/M-Verfahren stellen insbesondere überhängende Flächen eine Herausforderung dar. In der Regel können nur Flächen mit einem Überhangwinkel zur Bauplatte von bis zu 60° stabil hergestellt werden. Zudem sollte das verwendete Volumen möglichst gering gehalten werden. Im Gegensatz dazu ist die Gestaltung beim BJT/M-Verfahren deutlich komplexer, da die gesamte Prozesskette berücksichtigt werden muss. Dabei muss einerseits die Entpulverung der zerbrechlichen Grünkörper beachtet werden, andererseits stellt die Gewährleistung der Formtreue der gesinterten Teile eine Herausforderung dar. Insgesamt zeigt sich, dass die Gestaltungsrichtlinien für die Grünkörperherstellung deutlich mehr Freiräume lassen, jedoch die gesamte Prozesskette bedacht werden muss.

Parameterfindung für gasdichte dünne Überhänge mit dem PBF-LB/M-Verfahren

Eine der Anforderungen aus Kapitel 5 ist eine geringe Wandstärke, um die Wärmeleitung entlang der Wand zu reduzieren und die Raumausnutzung zu erhöhen. Diese Anforderung steht im Kontrast zu den etablierten Gestaltungsrichtlinien für das PBF-LB/M-Verfahren [25, 26]. Für Anwendungen in der Verfahrenstechnik ist die Wandstärke jedoch eine entscheidende Eigenschaft. So bestätigten z. B. Riese et al. diese Notwendigkeit von dünnen Wänden beim Vergleich von konventionell und additiv hergestellten Packungen für die Rektifikation [170]. Oft sind überhängende Flächen für die Fertigung von Kanälen notwendig. Jedoch sind beim PBF-LB/M-Verfahren die Oberflächenqualität und die mechanischen Eigenschaften von schrägen Oberflächen kritisch, selbst bei dickwandigen Strukturen, wie schon in Abschnitt 6.1 beschrieben. Erschwerend kommt hinzu, dass sich in Rektifikationsapparaturen oft hochentzündliche und giftige Prozessmedien (wie z. B. Methanol) im Siedezustand befinden, so dass gasdichte Wände eine Notwendigkeit für einen sicheren Betrieb sind. Das bedeutet, dass keinerlei offene Porosität vorhanden sein darf. Bislang gibt es in der Literatur keine Untersuchungen von PBF-LB/M-Technologien, die sich auf die Defektfreiheit von dünnwandigen Teilen konzentrieren. Daher besteht ein Bedarf an Forschung über die Prävalenz kleinerer Defekte in dünnen Wänden. Der Fokus auf die Gasdichtigkeit würde den Blickwinkel auf die „Effekte von Defekten“ erweitern, im Gegensatz zur bisherigen Betrachtung in der Literatur, die sich hauptsächlich auf die Auswirkungen von Defekten auf die mechanischen Eigenschaften konzentrierten [171, 172].

Wenn der minimale Neigungswinkel und die Wandstärke bei gleichzeitiger Prozessstabilität gesenkt werden könnten, ließen sich die Vorteile der AM gegenüber der konventionellen Fertigung umfassender nutzen. Daher werden in diesem Kapitel dünne überhängende Wände auf die Anforderung der Gasdichtigkeit untersucht. Es werden kritische Parameter und geeignete Werte hierfür identifiziert. Dieses Kapitel basiert auf den veröffentlichten Ergebnissen des Verfassers [2].

7.1 Stand der Technik

In den Anfängen der Entwicklung des PBF-LB/M-Verfahrens gab es Studien zur Fertigung von dünnen Wänden durch die Überlagerung von einzelnen Schmelzspuren [173, 174]. Das Augenmerk lag dabei mehr auf dem Prozessverständnis als auf der gezielten

Nutzung dieser Parameter für funktionelle Bauteile. Von Clijsters et al. wurde eine spezielle Belichtungsstrategie für dünne Wände mit geometrieabhängigen Laserparametern vorgeschlagen [175] und komplexere Testkörper mit Überhängen gefertigt. Wu et al. zeigten die Grenzen dünner Wände im Bereich von einigen hundert Mikrometern auf [176]. Eine kritische Eigenschaft ist die geringe mechanische Steifigkeit, wodurch sich die Wände im Bauprozess durch die thermischen Spannungen verformen [176–178].

Die technisch mögliche Grenze wird typischerweise mit etwa 0,3 mm angegeben, allerdings mit einem deutlich höheren Risiko von Defekten [26]. Diese Grenzen werden durch die begrenzte Wiederholbarkeit und Stabilität des PBF-LB/M-Verfahrens beeinflusst. Letztere ist auf eine Vielzahl von Einflüssen, die sich auf die Qualität auswirken können, zurückzuführen [177, 179–181].

7.2 Methoden

7.2.1 Aufbau der Untersuchung

In der Literatur werden verschiedene Methoden zur Optimierung des PBF-LB/M-Verfahrens beschrieben [182–187]. Ein vielversprechender Ansatz ist die statistische Versuchsplanung. Als Methode wurde hier daher ein zweistufiger statistischer Versuchsplan bestehend aus einem Screening-Schritt zur Identifizierung eines geeigneten Prozessfensters und einem zweiten Plan zur Bestimmung von geeigneten Parameterkombinationen gewählt. In Abbildung 7.1 wird das Vorgehen zur Parameteridentifikation veranschaulicht:

- Zunächst wurden kleine Probekörper mit überhängenden Wänden mit einer Neigung von 30° gegenüber der Horizontalen gefertigt und die Wasserdurchflussrate (vgl. Abschnitt 7.2.5) bestimmt, um den groben Prozessbereich zu ermitteln.
- Mit Hilfe der Ergebnisse wurde ein zweiter statistischer Versuchsplan entworfen, um vielversprechende Parametersätze zu ermitteln. Diese wurden dann auf Wiederholbarkeit der erzielten Ergebnisse untersucht.
- Ausgehend davon wurden Proben in weiteren Neigungswinkeln gefertigt, um daraus die Gestaltungsrichtlinien zu entwickeln.

Mit den Ergebnissen als Ausgangspunkt wurden Fertigungszeitoptimierungen durchgeführt.

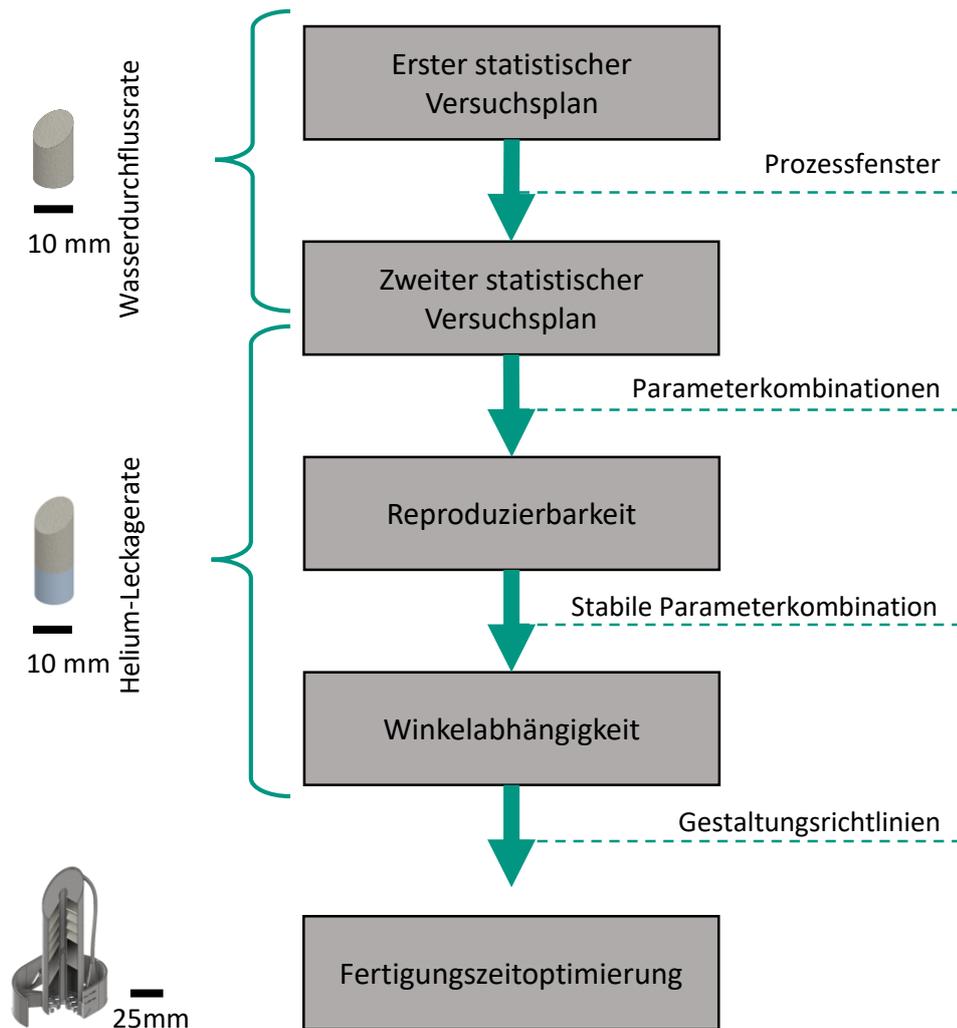


Abb. 7.1: Prinzipieller Ablauf der Parameterfindung für dünne und gasdichte Überhänge.

7.2.2 Probekörper

Als Probekörper wurden Hohlzylinder mit einem nominalen Außendurchmesser von 10,2 mm und mit einer im Winkel α zur Horizontalen geneigten Oberseite verwendet (siehe auch Abb. 7.2). Die Nennwandstärke wurde so gewählt, dass der Abstand zwischen Innen- und Außenkontur des CAD-Modells konstant $180 \mu\text{m}$ betrug. Das CAD-Modell wurde mit der Software Inventor 2021 (Autodesk, USA) erstellt und mit dem internen STL-Konverter exportiert. Zur Bestimmung der He-Leckagerate mussten die Probekörper mit Hilfe einer Swagelok® -Rohrverschraubung adaptiert werden. Hierzu wurden sie um einen kreisförmigen Sockel mit einer Wandstärke von 1 mm und einer Höhe von 10 mm ergänzt (in Abbildung 7.2 schwarz schraffiert). Dieser gewährleistet eine ausreichende Steifigkeit für die Schneidringverbindung. Der kreisförmige Sockel wurde mit

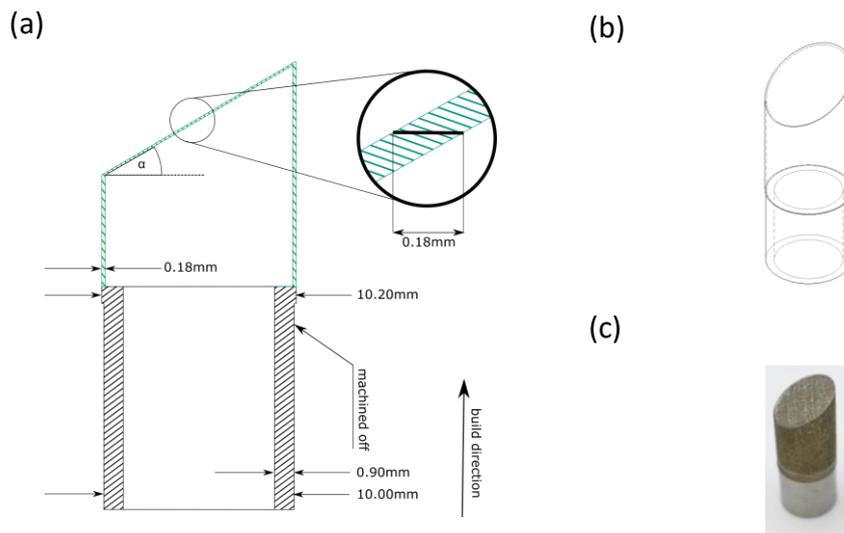


Abb. 7.2: (a) Technische Zeichnung des Probekörpers mit Fuß zur Adaption mittels Swagelok®-Schneidringen. (b) 3D-Darstellung. (c) Additiv gefertigter Probekörper mit nachbearbeiteter Dichtfläche. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].

den vom Anlagenhersteller DMG Mori (Bundesrepublik Deutschland (BRD)) empfohlenen Belichtungsparametern für den Edelstahl 1.4404 gefertigt. Vor dem Anbringen der Schneidringe wurde der runde Rohranschluss auf 10,0 mm abgedreht, um eine für eine dichte Verbindung notwendige Oberflächengüte zu gewährleisten. Bei den durchgeführten Dichtheitsprüfungen traten an der Verbindung und im Sockel keine Leckagen auf, so dass die Leckagerate nicht durch den Sockel beeinflusst wurde. Die Parameter für die dünnwandigen Strukturen (grün schraffiert in Abbildung 7.2 (a)) sind in den Abschnitten 7.2.3 und 7.2.4 angegeben.

7.2.3 Belichtungsstrategie

Als Belichtungsstrategie wurden zwei im Abstand s_{SA} aneinander liegende Lasertrajektorien, die doppelt abgefahren wurden, verwendet. Diese Belichtungsstrategie hat den Vorteil, dass sie mit der generischen Software des PBF-LB/M-Systems leicht umgesetzt werden kann. Es ist keine spezielle Software für die Erzeugung der Lasertrajektorien notwendig, wie z. B. bei den dünnwandigen Strömungselementen [1, 39]. Es werden hierzu nur die inneren und äußeren Konturen des CAD-Modells belichtet, ohne Schraffur- oder Fülllinien. Dadurch wird der Spurbestand s_{SA} durch die Spurbreitenkorrektur d_{SK} und den Abstand s_{CAD} im CAD-Modell nach Gleichung 7.1 definiert:

$$s_{SA} = s_{CAD} - 2 \cdot \frac{d_{SK}}{2}. \quad (7.1)$$

Die Spurbreitenkorrektur dient eigentlich dazu Abweichungen vom CAD-Modell und dem tatsächlichen Teil zu kompensieren. Hier wurde diese Funktion genutzt, um den Spur-Abstand der Laserbahnen zu beeinflussen, indem die scheinbare Schmelzspurbreite vergrößert oder verkleinert wurde und somit entsprechend der Abstand der zwei Lasertrajektorien verkleinert bzw. vergrößert wurde (vgl. auch Abbildung 7.3). Die Wandstärke im CAD-Modell sollte daher als Belichtungsparameter betrachtet werden – nicht als die tatsächliche Wandstärke des Bauteils. Die tatsächliche Breite einer dünnen Wand wird maßgeblich durch die Laserparameter bestimmt.

Die Scangeschwindigkeit des Lasers v_{Laser} des im Rahmen dieser Arbeit verwendeten PBF-LB/M-Systems wird über den Punktabstand s_P und die Belichtungszeit t_P definiert:

$$v_{\text{Laser}} = \frac{s_P}{t_P}. \quad (7.2)$$

Laut Aussagen des Herstellers erfolgt aber eine kontinuierliche Belichtung, sofern beide Parameter nicht zu klein bzw. groß gewählt werden. Dieses Verhalten wurde bei einem ähnlichen System auch in der Literatur beschrieben [188]. Daraus lässt sich auch ein Linienenergieeintrag E_L :

$$E_L = \frac{P_{\text{Laser}}}{v_{\text{Laser}}} \quad (7.3)$$

aus der Laserleistung P_{Laser} und der Scangeschwindigkeit v_{Laser} nach Gleichung 7.3 berechnen.

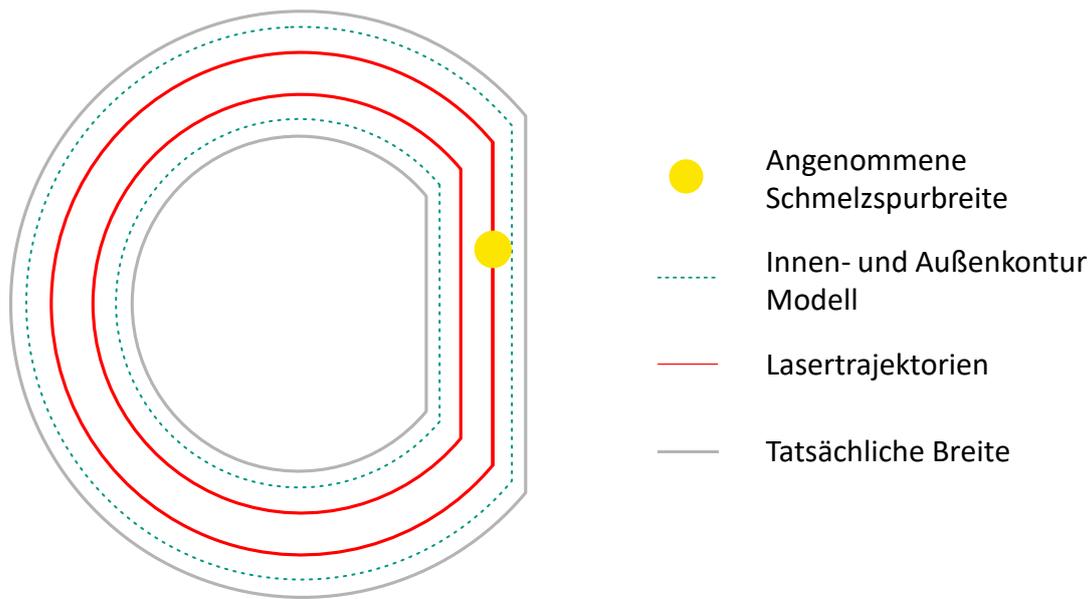


Abb. 7.3: Schematische Darstellung der Belichtungsstrategie. Die Spurbreitenkorrektur korrigiert die Lasertrajektorie um die angenommene Schmelzspurbreite (gelber Punkt), um so die Maßhaltigkeit der Außen- und Innenkontur zu gewährleisten. Stimmt die Spurbreite nicht mit der tatsächlichen überein, kommt es dadurch zu Abweichungen zwischen Modell und gefertigtem Bauteil, wie schematisch durch die graue Linie angedeutet wird. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].

7.2.4 Aufbau der statistischen Versuchspläne

Die statistischen Versuchspläne wurden als sogenannte „zentral zusammengesetzter Versuchsplan“ (siehe Tabelle 7.4) aufgebaut, da sich diese besonders für die Verwendung und Auswertung nicht linearer Zusammenhänge eignen [189]. Dies ermöglicht es, die Wirkung der Parameter mit einer begrenzten Anzahl von Versuchen ausreichend zu untersuchen. Der Zentrumspunkt (ZP) wurde dabei zehnfach wiederholt. Die Ausgangswerte wurden auf der Grundlage von Erfahrungswerten [1, 39] festgelegt. Im Vergleich zu den Standardparametern des Maschinenherstellers wurde ein niedriger Energieeintrag verwendet. Es wurde zwei Versuchsreihen mit unterschiedlichen Energiedichtebereichen (vgl. Tabelle 7.2 und 7.3) durchgeführt, wobei einige Parameter über alle Versuche hinweg konstant gehalten wurden (siehe Tabelle 7.1).

Tab. 7.1: Nicht veränderte Prozessparameter.

Parameter	Wert
Punktabstand $s_P / \mu\text{m}$	10
Linsenposition $\Delta H_L / \text{mm}$	0,2
Bauraumheizung	Deaktiviert
Schichthöhe $H_S / \mu\text{m}$	50
Laserspotdurchmesser $d_{\text{Laser}} / \mu\text{m}$	34
Überhangwinkel $\alpha / ^\circ$	30

Tab. 7.2: Prozesswerte der Faktorstufen des ersten statistischen Versuchsplans.

Prozessparameter	Faktorstufe				
	-1	-0,59	0	0,59	1
Laserleistung $P_{\text{Laser}} / \text{W}$	60,0	63,1	67,5	71,9	75
Scangeschwindigkeit $v_{\text{Laser}} / \text{mm s}^{-1}$	250	350	500	640	750
Spurabstand $s_{\text{SA}} / \mu\text{m}$	5(*)	12	30	48	60
Spurbreitenkorrektur $d_{\text{SK}} / \mu\text{m}$	175	168	150	132	120

(*) Aufgrund von Abweichungen durch die Diskretisierung der STL-Datei war ein Spurabstand von $0 \mu\text{m}$ nicht möglich. Als Minimalwert wurde daher $5 \mu\text{m}$ gesetzt.

Tab. 7.3: Prozesswerte der Faktorstufen des zweiten statistischen Versuchsplans.

Prozessparameter	Faktorstufe				
	-1	-0,59	0	0,59	1
Laserleistung $P_{\text{Laser}} / \text{W}$	60,0	68,2	80,0	91,8	100
Scangeschwindigkeit $v_{\text{Laser}} / \text{mm s}^{-1}$	100	160	250	340	400
Spurabstand $s_{\text{SA}} / \mu\text{m}$	5(*)	12	30	48	60
Spurbreitenkorrektur $d_{\text{SK}} / \mu\text{m}$	175	168	150	132	120

(*) siehe Tabelle 7.2.

Tab. 7.4: Aufbau der statistischen Versuchspläne mit den einzelnen Faktorstufen entsprechend den Tabellen 7.2 und 7.3. Stufen entnommen aus [189, 190].

Probe	Faktorstufen		
	Laserleistung	Geschwindigkeit	Spurbreitenkorrektur
1	-1	0	0
2	-0,59	-0,59	-0,59
3	-0,59	-0,59	0,59
4	-0,59	0,59	-0,59
5	-0,59	0,59	0,59
6	0	-1	0
7	0	1	0
8	0	0	-1
9	0	0	1
10-19 (ZP)	0	0	0
20	0,59	-0,59	-0,59
21	0,59	-0,59	0,59
22	0,59	0,59	-0,59
23	0,59	0,59	0,59
24	1	0	0

7.2.5 Leckageidentifikation und Leckageratenbestimmung

Die Identifikation von Leckagestellen wurde über drei verschiedene Verfahren durchgeführt: Durchflussmessungen mit Wasser, Helium-Leckageratenbestimmungen und Tauchüberdruckprüfungen zur Lokalisation von Defekten.

Für eine schnelle erste Untersuchung der Probekörper auf Defekte wurde die **Wasserdurchflussrate** durch die Probekörper bestimmt. Dazu wurde 1 mL Wasser in die um 180° gedrehten Probekörper gefüllt. Mit einer Stoppuhr und einer Präzisionswaage wurde die Zeit gemessen, die 0,80 mL zum Durchströmen der Proben benötigten (vgl. auch Abbildung 7.4). Dieses Vorgehen eignet sich besonders für Proben mit vielen Defekten und einer hohen Permeanz und ermöglicht eine schnelle und einfache erste Vorauswahl der Proben. Dabei wurden die Parametersätze, die im Test über 18 min keinen Wasserdurchfluss aufwiesen als nahezu defektfrei eingestuft. Dieser Test ist jedoch nicht in der Lage, Proben auf kleine Lecks zu prüfen, falls die Leckagerate kleiner als die Verdunstungsrate ist.

Hierfür wurden **Helium-Leckageratenbestimmungen** in der Sprühtechnik mit einem Helium-Leck-Detektor (PhoeniXL, Leybold, Deutschland) durchgeführt. Die Probekörper wurden dazu mit dem Detektor verbunden und evakuiert. Dann wurden diese von außen

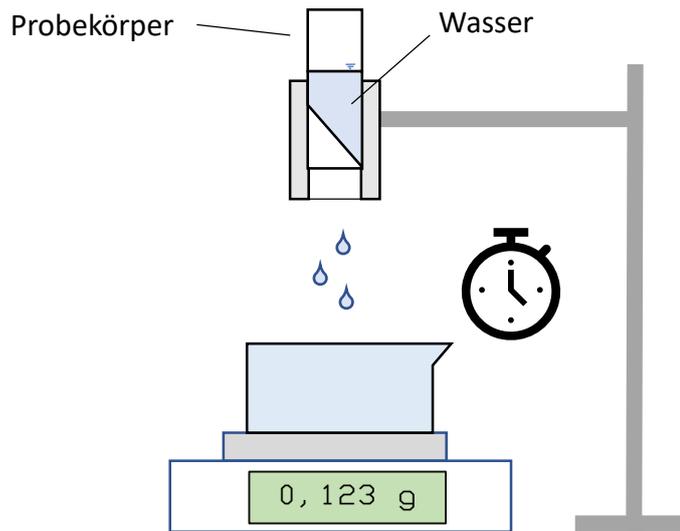


Abb. 7.4: Schematische Darstellung der Wasserdurchflussratenbestimmung. Die umgedrehten Probekörper wurden mit 1 mL Wasser gefüllt und die Durchflussrate mittels einer Präzisionswaage und einer Stoppuhr bestimmt. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].

mit Helium besprüht, wie in Abbildung 7.5 dargestellt. Wenn ein Leck vorhanden war, wurde das in die Proben eintretende Helium mit einem hochempfindlichen Massenspektrometer (MS) nachgewiesen. Mit dieser Technik können Poren im Bereich von $100\ \mu\text{m}$ bis hinunter zu wenigen Nanometern nachgewiesen werden [191]. Behälter mit einer Leckagerate q_{He} unter $1 \cdot 10^{-4}\ \text{mbar s}^{-1}$ werden als flüssigkeitsdicht bzw. unter $1 \cdot 10^{-8}\ \text{mbar s}^{-1}$ als gasdicht bezeichnet [191].

Die gemessenen Werte für die Wasserdurchflussrate $q_{\text{H}_2\text{O}}$ können unter der Annahme einer laminar viskosen Durchströmung nach Gleichung 7.4 in eine Standard-Helium-Leckagerate q_{He} konvertiert werden [191, 192]:

$$q_{\text{He}} = \frac{\eta_{\text{H}_2\text{O}}}{\eta_{\text{He}}} \cdot \frac{p_{\text{He},i}^2 - p_{\text{He},a}^2}{\Delta p_{\text{H}_2\text{O}}} \cdot q_{\text{H}_2\text{O}}. \quad (7.4)$$

Dabei steht $p_{\text{He},\text{ein}}$ für den Druck außerhalb der Probe, $p_{\text{He},\text{aus}}$ innerhalb der Probe, $\Delta p_{\text{H}_2\text{O}}$ für den Wasserdifferenzdruck und η für die dynamische Viskosität der jeweiligen Komponente. Unter der Annahme, dass die Strömung mit Schallgeschwindigkeit durch den engsten Querschnitt strömt kann aus der Standard-Helium-Leckagerate q_{He} die Größenordnung des äquivalenten Lochdurchmessers d_{LD} abgeschätzt werden [191]:

$$d_{\text{LD}} \approx \sqrt{\frac{q_{\text{He}}}{\text{mbar L s}^{-1}}} \cdot 10^{-4}\ \text{m}. \quad (7.5)$$

Aufgrund der geringen Größe der Defekte und der Probekörpergröße sind die He-Leckagerate und die Wasserdurchflussrate im Allgemeinen ein integraler Messwert, d. h. die He-Leckagerate kann nicht einem bestimmten Defekt oder einer bestimmten Position zugeordnet werden. Um zu prüfen, ob die Leckagerate von einem oder mehreren Defektstellen herrührt, wurden die entsprechenden Proben mittels der **Tauchüberdruckprüfung** (vgl. auch Abbildung 7.10 links) untersucht. Die Probekörper wurden dazu unter Wasser mit etwa 1 bar (relativ) Stickstoff beaufschlagt und eventuell aufsteigende Blasen optisch identifiziert. Gleichzeitig diente dieses Verfahren auch dazu Undichtigkeiten der Schneidringverbindung bei den He-Leckageratenbestimmung auszuschließen.

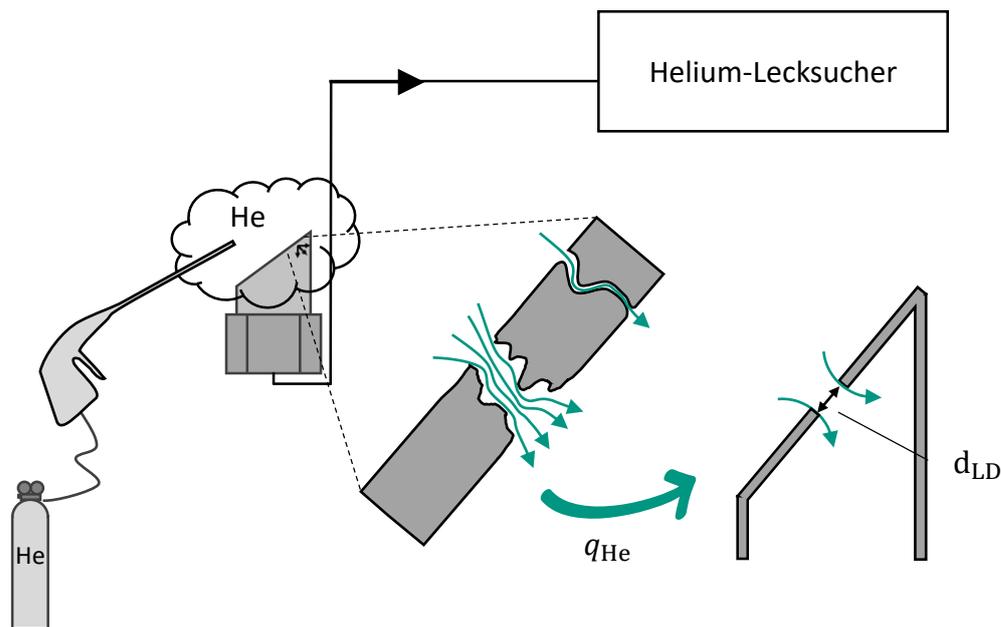


Abb. 7.5: Bestimmung der Leckagerate mit einem Helium-Lecksucher in der Sprühtechnik. Aus der Leckagerate kann ein äquivalenter Lochdurchmesser d_{LD} abgeschätzt werden. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].

7.2.6 Oberflächencharakterisierung

Zur Charakterisierung der Oberflächentopografie wurden Oberflächen-Scans mit einem optischen 3D-Mikroskop (S neox, Sensofar, Spanien) im konfokalen Verfahren durchgeführt. Die geneigte Oberfläche wurde an fünf verschiedenen Stellen (oben, unten, links, rechts, und in der Mitte) auf einer Fläche von jeweils $3,0 \times 2,3 \text{ mm}^2$ charakterisiert. Die Messsoftware MountainsMap (Version 8, Digital Surf, Frankreich) wurde für die Filterung der erfassten Daten verwendet, um die Rauheitswerte nach der ISO-Norm 25178 [193] zu ermitteln. Ein sogenannter S-Filter von $2,5 \mu\text{m}$ wurde verwendet, um die kleinräumigen Anteile der Unebenheiten zu filtern, gefolgt von einem sogenannten

L-Filter von 0,25 mm, der die großflächigen Anteile entfernt. Zur Nivellierung der Oberfläche wurde die mittlere Ebene nach der Methode der kleinsten Quadrate bestimmt und dann subtrahiert.

7.2.7 Querschnitte

Die Querschnitte ausgewählter Proben wurden auch durch Rasterelektronenmikroskopie (REM)-Schliffbilder (JSM-6300 mit einem 10-kV-Strahl der JEOL GmbH, Deutschland) analysiert. Die Querschnitte wurden durch Einbetten in Kunstharz, Schneiden und Polieren hergestellt. Die mittlere Wandstärke wurde anhand der REM-Bilder mit Matlab 2020a (Mathworks, USA) bestimmt.

7.3 Ergebnisse

Nachfolgend werden die Ergebnisse der Parametersuche nach dem Schema aus Abbildung 7.1 dargestellt.

7.3.1 Parameteridentifikation

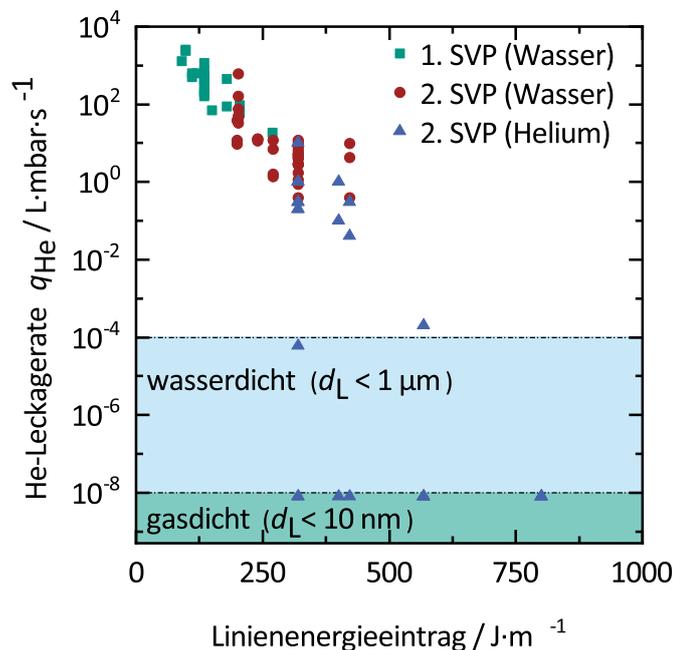


Abb. 7.6: Einfluss des Linienenergieeintrags auf die Leckagerate und den äquivalenten Porendurchmesser nach Gleichung 7.5 für den ersten und zweiten statistischen Versuchsplan (SVP). Adaptiert aus Grinschek et al. [2].

In Abbildung 7.6 ist die Leckagerate in Abhängigkeit des Linienenergieeintrags sowohl für die Proben des ersten statistischen Versuchsplans als auch des zweiten statistischen

Versuchsplans dargestellt. Die Daten bestätigen eine deutliche Korrelation zwischen Leckagerate und Linienenergie, insbesondere bei den niedrigen Linienenergieeinträgen des ersten statistischen Versuchsplans. Dieses Ergebnis steht in guter Übereinstimmung mit Arbeiten aus der Literatur zu integralen Größen wie Dichte oder Porosität von Bauteilen [194, 195]. Der höhere Gesamtenergieeintrag in das Pulver führt zu einem vollständigeren Aufschmelzen der Metallpulverpartikel. Die geringere Viskosität der Schmelze führt gleichzeitig zu einer besseren Benetzung und dadurch zu glatteren Oberflächen [195].

Aus diesem Grund wurde der Bereich des zweiten statistischen Versuchsplans auf höhere Linienenergieeinträge ausgedehnt. Dadurch konnten schon in der zweiten Iteration gasdichte Proben erzeugt werden. Die Proben mit den höchsten Energieeinträgen waren angelauten, was auf eine Überhitzung im Bauprozess und damit auf die obere Grenze des Prozessfensters hinweist. Es ist davon auszugehen, dass der gefundene Parameterbereich sich in der Nähe des Optimums befindet und eine weitere Suche in Richtung höherer Linienenergieeinträge nicht erfolgversprechend ist. Im Allgemeinen wurden gasdichte Proben mit Linienenergieeinträgen über 320 J m^{-1} erhalten. Die Ergebnisse weisen bei höheren Energien eine deutlichere Streuung der Leckagerate in Abbildung 7.6 auf. Diese größere Streuung ist darauf zurückzuführen, dass in diesem Bereich die Wahrscheinlichkeit für Defektstellen in der Probe so gering wird, dass teilweise dichte Probekörper erzielt wurden. Daher schwankt der gemessene Wert der Leckagerate einer Probe zwischen der Leckagerate der unteren Nachweisgrenze von $1 \cdot 10^{-8} \text{ L mbar s}^{-1}$ und der Leckagerate von einer oder weniger Defektstellen mit einem äquivalenten Lochdurchmesser von weniger als $100 \mu\text{m}$ (entsprechend einer Leckrate von 1 L mbar s^{-1}). In diesem Bereich sollte daher statt der Leckagerate bevorzugt die Wahrscheinlichkeit für einen Defekt angegeben werden. Auf diesen Aspekt wird in den folgenden Abschnitten näher eingegangen.

Die Betrachtung des reinen Energieeintrages aufgrund des komplexen Zusammenspiels der einzelnen Laserparameter erlaubt aber nur eine sehr eingeschränkte Aussage [196]. Betrachtet man daher die detaillierte Auswertung der Ergebnisse des zweiten statistischen Versuchsplans für die variierten Prozessparameter in Abbildung 7.7, lassen sich folgende Schlussfolgerungen ziehen: Eine Erhöhung der Laserleistung von 70 W auf 90 W (Abbildung 7.7 mitte) oder eine Verringerung der Belichtungsgeschwindigkeit von $0,35 \text{ m s}^{-1}$ auf $0,15 \text{ m s}^{-1}$ (Abbildung 7.7 links) reduziert die modellierte Leckagerate. Für den Spurabstand sollte ein Wert von $15 \mu\text{m}$ verwendet werden, wenn nur das Haupteffektdiagramm in Abbildung 7.7 rechts betrachtet wird. In den Interaktionsdiagrammen in Abbildung 7.8 sind jedoch Wechselwirkungen der drei Parameter untereinander zu erkennen, da sich die Linien kreuzen. So zeigt zum Beispiel Abbildung 7.8 (b) bei einer Laserleistung von $91,8 \text{ W}$ (rote Linie) mit zunehmendem Spurabstand eine Abnahme der modellierten Leckrate, während bei geringeren Laserleistungen von 80 W (blaue

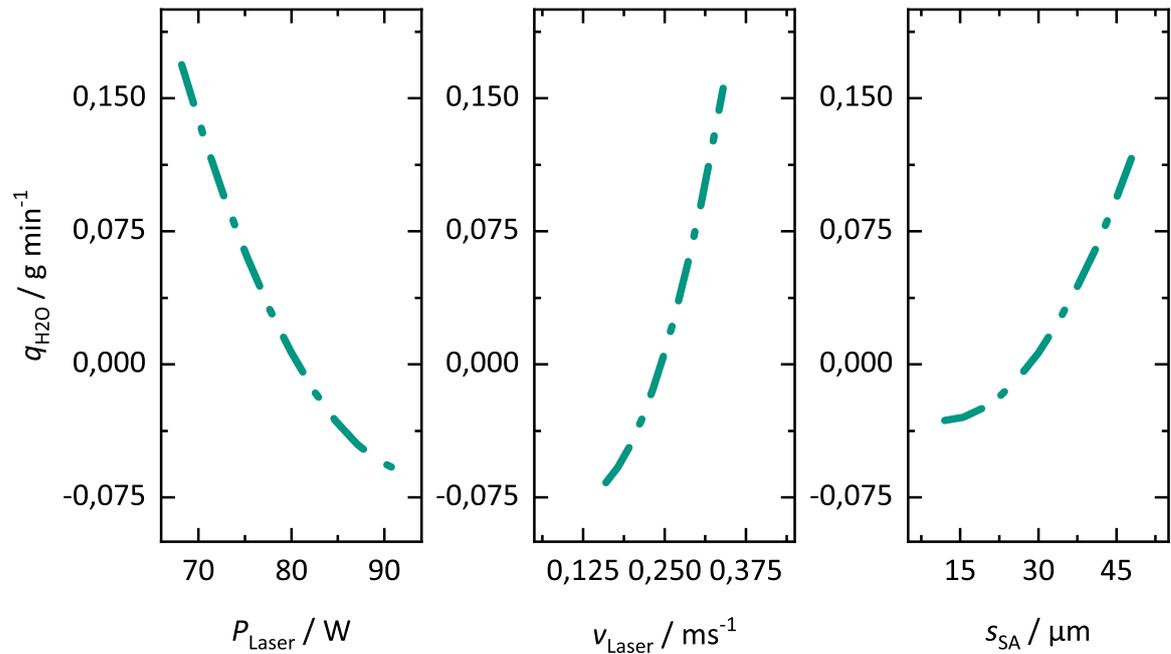


Abb. 7.7: Haupteffektdiagramm der Auswertung des zweiten statistischen Versuchsplans. Dieses visualisiert die modellierten Auswirkungen der Prozessparameter Laserleistung P_{Laser} , Scangeschwindigkeit v_{Laser} und Spurbstand s_{SA} auf die Wasserleckagerate, basierend auf dem vollständigen quadratischen Modell. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].

Linie) und 68,2 W (grüne Linie) diese zunimmt. Bei höheren Leistungen oder niedrigeren Scangeschwindigkeiten ist die Wirkung des Spurbstandes umgekehrt proportional zur Scangeschwindigkeit und zur Leistung. Ein größerer Spurbstand ist in diesen Fällen vorzuziehen, wie aus Abbildung 7.8 (b), (c), (e) und (f) hervorgeht. Dieser Befund ist sinnvoll, da ein höherer Energieeintrag eine breitere Schmelze verursacht und daher ein größerer Abstand zwischen den Scan-Vektoren vorzuziehen ist [174, 195].

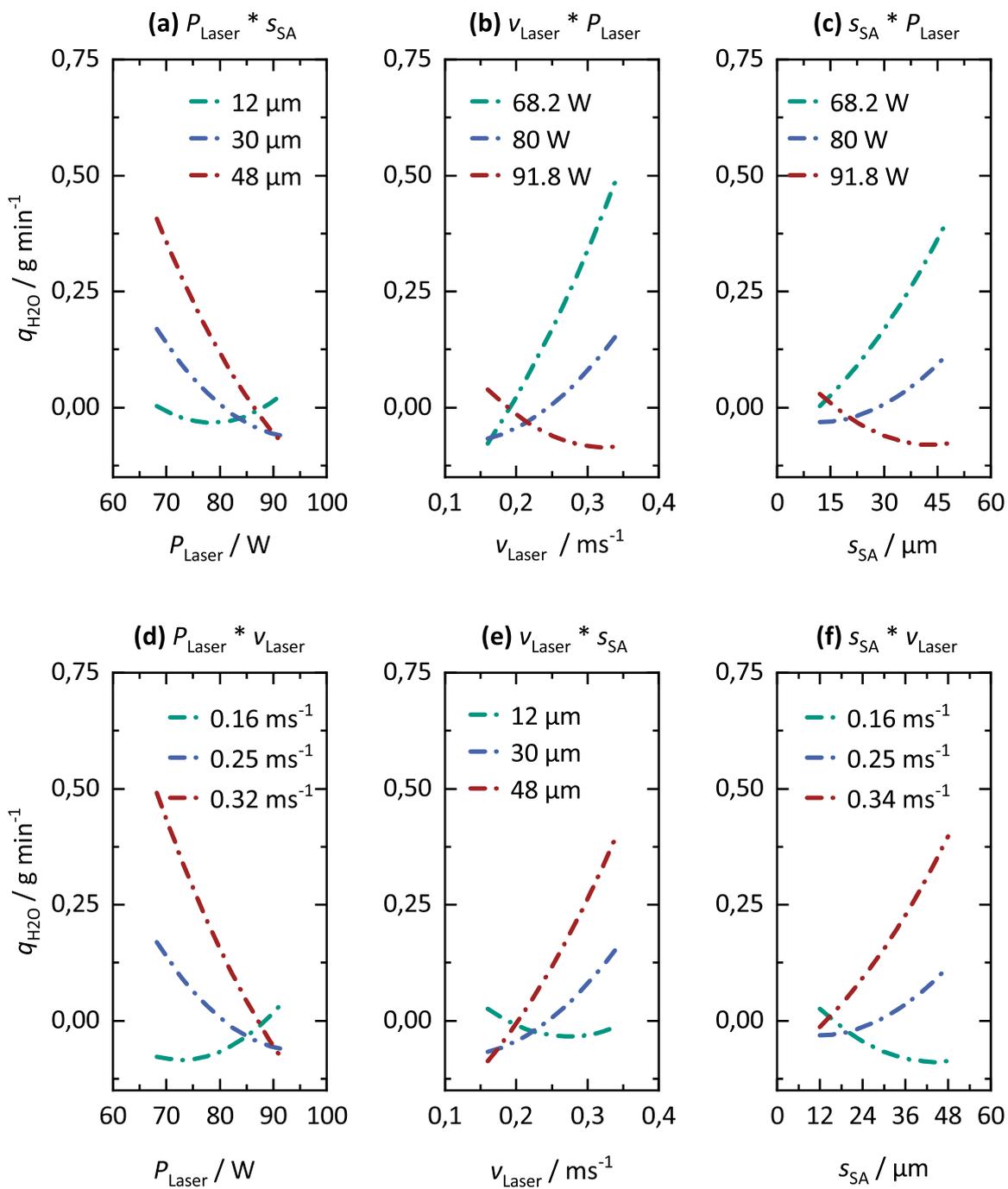


Abb. 7.8: Interaktionsdiagramm der Prozessparameter Laserleistung P_{Laser} , Scangeschwindigkeit v_{Laser} und Spurbstand s_{SA} auf die Wasserleckerate, des zweiten statistischen Versuchsplans. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].

7.3.2 Reproduzierbarkeit

Die Reproduzierbarkeit des PBF-LB/M-Verfahrens ist grundsätzlich eine Herausforderung und wird an den hier untersuchten Grenzen des Machbaren nochmals deutlich kritischer. Die Herausforderungen ergeben sich aus den Auswirkungen der zahlreichen Prozessparameter sowie deren Wechselwirkungen untereinander, ebenso wie aus der Vielzahl der Prozessschritte [177, 179]. So gibt es Faktoren, die den Druck im Allgemeinen beeinflussen, die in der Studie nicht berücksichtigt wurden, wie z. B. der Einfluss des (Gummi-)Rakels oder der Gasströmung (für eine ausführliche Übersicht siehe [150]). Das verwendete PBF-LB/M-System verfügt beispielsweise über ein internes Pulverrecyclingsystem, weshalb die Pulverqualität durch frühere Druckaufträge beeinflusst werden kann. Frühere Studien mit einem ähnlichen System und 316L-Pulver zeigten nur einen geringen Einfluss auf die Pulverqualität durch das Recycling [197]. Diese Ergebnisse wurden auch durch die Messungen im Anhang C bestätigt. Andere Studien zeigen einen Einfluss des Pulvers in Abhängigkeit von der Anzahl der Recyclingzyklen [150, 198, 199]. Die Pulverqualität wird dabei auf vielfältige Weise beeinflusst, so dass es schwierig ist, die genauen Ursachen und Wirkung zu ermitteln [150, 198, 199]. Da sich die hier beschriebenen Ergebnisse jedoch auf schräge dünne Wände konzentriert, könnte der Einfluss der Pulverqualität größer sein.

Die Ergebnisse der Rauigkeitsmessungen zeigen eindeutig die Herausforderung der Reproduzierbarkeit. Die Rauigkeit wird in der Literatur als Maß für die Beurteilung der gesamten Qualität eines Baujobs verwendet [174]. In Abbildung 7.9 ist die Abhängigkeit der Oberflächenrauigkeit von der Linienenergie dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass die gemessenen Oberflächenrauigkeiten zwischen den Wiederholungen stark streuen. Zwischen den drei Wiederholungen des zweiten statistischen Versuchsplans ist ein substanzieller Unterschied der gemessenen Werte sichtbar. In der ersten Wiederholung (grüne Quadrate in Abbildung 7.9) liegt die Rauigkeit zwischen 25 μm bis 65 μm . In der zweiten und dritten Wiederholung, die in Abbildung 7.9 durch blaue Kreise und rote Dreiecke gekennzeichnet ist, liegen alle S_A -Werte unter 35 μm . Dies war nur bei einigen wenigen Proben mit hohem Energieeintrag der ersten Wiederholung der Fall. Dies unterstreicht die Schwierigkeit der Fertigung solcher dünner Wände mit dem PBF-LB/M-Verfahren mit konstanter Qualität.

Bei der Leckageratenbestimmung zeigt sich eine große Streuung zwischen den einzelnen Wiederholungen, wie in Tabelle 7.5 deutlich wird. Die Proben mit Prozessparametersätzen 3, 9, 21 oder 24 waren nicht immer in diesen drei Wiederholungen gasdicht. Aus dieser Tabelle wird ersichtlich, dass es Einflüsse auf den gesamten Prozess gibt, die nicht von den untersuchten Prozessparametern abhängen. Bei den ersten Wiederholungen der vielversprechendsten Parameterkombinationen des zweiten statistischen Versuchsplanes wurden alle Proben mit Ausnahme des ZP als Helium-leckdicht bestimmt. Dies war

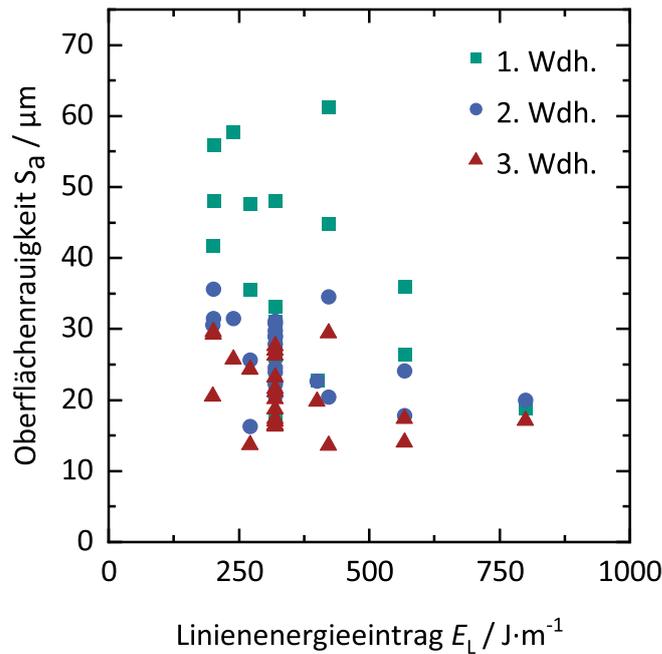


Abb. 7.9: Ergebnisse der Rauigkeitsmessung der drei Wiederholungen des zweiten statistischen Versuchsplan. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].

bei den beiden weiteren Wiederholungen nicht der Fall. Von den Wiederholungsläufen waren nur die Proben mit Parametersatz (PS) 6 und 20 mit hoher Linienenergie, in allen drei Wiederholungen Helium-leckdicht. Um weitere Einblicke in die Wiederholbarkeit zu erhalten, wurden die PS 3 und 9 mehrmals auf derselben Bauplattform an verschiedenen Positionen sowie gemeinsam mit anderen Teilen gefertigt. Die PS 3 und 9 wurden gewählt, weil sie die dünnsten Wände mit einer angemessenen Wahrscheinlichkeit für eine leakagefreie Probe ergaben (vgl. auch den folgende Abschnitte). In Tabelle 7.6, ist die Wahrscheinlichkeit für eine Lackagestelle in der Wand mit PS 9 mit $p_{\text{Leck}} = 0,217$ geringer als mit PS 3 mit einer Wahrscheinlichkeit von $p_{\text{Leck}} = 0,522$. Hier wird die Auswirkung des Spurabstandes deutlich, denn der Unterschied zwischen dem ZP, bei dem alle 9 Proben undicht waren (vgl. auch Tabelle 7.5), und dem PS 9 ist nur der größere Spurabstand von $60 \mu\text{m}$ statt $30 \mu\text{m}$. Dies unterstreicht den Einfluss des Spurabstandes, der bereits in der Auswertung der statistischen Versuchspläne (siehe auch Abschnitt 7.3.1) festgestellt wurde.

Tab. 7.5: Ergebnisse der He-Leckagerate-Bestimmung für die drei Wiederholungsversuche des zweiten SVP.

PS	Leckagerate in L mbar s ⁻¹		
	1	2	3
3	< 10 ⁻⁸	4 · 10 ⁻²	3 · 10 ⁻¹
6	< 10 ⁻⁸	< 10 ⁻⁸	< 10 ⁻⁸
9	< 10 ⁻⁸	> 10 ⁰	6 · 10 ⁻⁵
ZP	2 · 10 ⁻¹	> 10 ⁰	3 · 10 ⁻¹
ZP	3 · 10 ⁻¹	> 10 ⁰	> 10 ⁰
ZP	2 · 10 ⁻¹	> 10 ⁰	> 10 ⁰
20	< 10 ⁻⁸	< 10 ⁻⁸	< 10 ⁻⁸
21	< 10 ⁻⁸	2 · 10 ⁻⁴	< 10 ⁻⁸
24	< 10 ⁻⁸	> 10 ⁰	1 · 10 ⁻¹

Tab. 7.6: Ergebnisse der Wiederholungsmessungen der Proben mit PS 3 und 9 des zweiten statistischen Versuchsplans. Es wurden jeweils 8 Proben über verschiedene Baujobs verteilt, um die Robustheit gegenüber Einflüssen von anderen Teilen zu untersuchen. Zudem wurden jeweils 5 bzw. 10 Proben in einem Baujob gefertigt. Angegeben ist, wie viele Proben dabei mindestens eine Leckagestelle aufwiesen.

	PS 3	PS 9
in verschieden Baujobs (inkl. Tab. 7.5)	3 von 8	1 von 8
Baujob I	2 von 5	1 von 5
Baujob II	7 von 10	2 von 10
Wahrscheinlichkeit p_{Leck} [95 % Konfidenzintervall]	0,522 [0,306 – 0,696]	0,217 [0,0746 – 0,615]

7.3.3 Position der Defektstellen

Um die Position und Anzahl der Defektstellen weiter zu untersuchen, wurden Tauchüberdruckprüfungen durchgeführt. Mit Ausnahme einer Probe des Zentrums punktes aus Tabelle 7.5 befanden sich alle undichten Stellen an den Rändern der schrägen Fläche des Probekörpers, wie in Abbildung 7.10 für die Proben des Parametersatzes 3 dargestellt. Die Mehrzahl der undichten Proben wies ein bis drei Defekte an der Oberkante der geneigten Fläche auf. Dies demonstriert, dass die Gestaltung von Wänden ohne scharfe Kanten hier sehr wichtig ist.

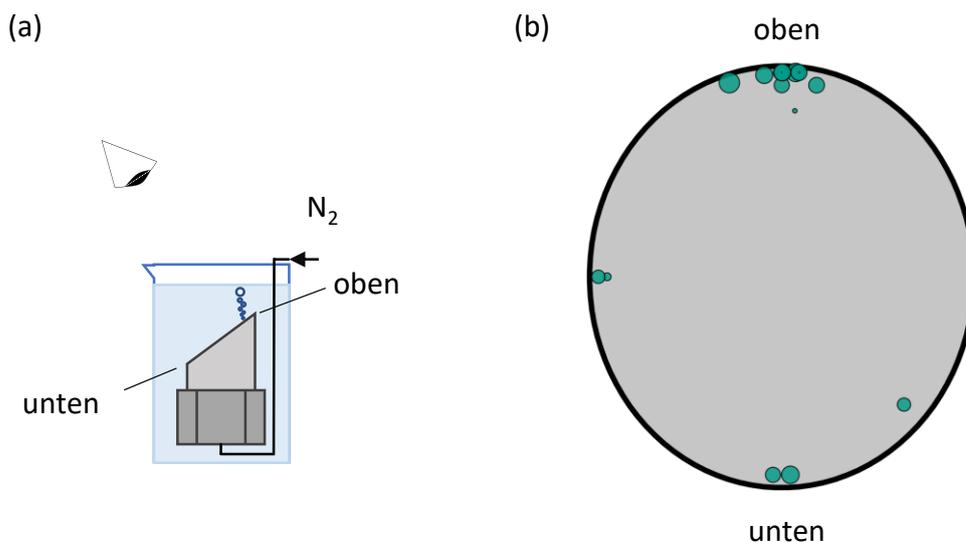


Abb. 7.10: (a) Schematische Darstellung der Tauchüberdruckprüfungen. Die Probe wird unter Wasser mit Stickstoff beaufschlagt und evtl. aufsteigende Blasen optisch detektiert. (b) Positionen der Blasenausstritte bei allen Proben mit dem PS3. Die Größe der grünen Punkte illustriert qualitativ die Größe der aufsteigenden Blasen. Typischerweise hatte eine einzelne Probe nur eine bis drei Defektstellen. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].

7.3.4 Metallographische Untersuchungen

Von einzelnen Proben wurden Querschliffe angefertigt, um die Ursachen der Leckagen besser zu verstehen. Die REM-Querschnittsbilder in Abbildung 7.11 zeigen Ausschnitte mit typische Defekten.

In Abbildung 7.11 (a) ist der Längsschnitt einer Probe des ZP des ersten statistischen Versuchsplans dargestellt. Sie verdeutlicht, dass die hohe Leckagerate auf Bindefehler (englisch: Lack of Fusion nach VDI Richtlinie 3405 [200]) (LoF) der geneigten Wand zurückzuführen ist. So weist die senkrechte zylindrische Wand keine größeren Defektstellen

auf, sondern nur wenige seitlich anhaftende Pulverpartikel. Der überhängende Bereich ist dagegen sehr unregelmäßig mit deutlichen Lücken und Poren geformt. Der Grund dafür ist, dass durch die Neigung der Wand die Laserpfade zwischen zwei Schichten nicht mehr übereinander liegen, sondern um den Abstand δ versetzt sind, wie in Abbildung 7.12 dargestellt. Ist die Schmelzbadbreite bzw. -tiefe bei niedrigen Energieeinträgen zu gering, kommt es zu keiner ausreichenden Überlappung der Schmelzspuren mit der darunter liegenden Schicht. Die Schmelze fließt dann in das Pulverbett, wo sie die Pulverpartikel, mit denen sie in Kontakt kommt, teilweise aufschmilzt und dadurch die raue Oberfläche bildet [201]. Durch einfache geometrische Überlegungen kann mit dem Winkel α und der Schichthöhe die Gleichung 7.6 für den Abstand abgeleitet werden. Dementsprechend ergibt sich ein Abstand δ von $87\ \mu\text{m}$ bei der hier betrachteten Pulverschichthöhe von $H_S = 50\ \mu\text{m}$ und dem Neigungswinkel α von 30° .

$$\delta = \frac{H_S}{\tan \alpha} \quad (7.6)$$

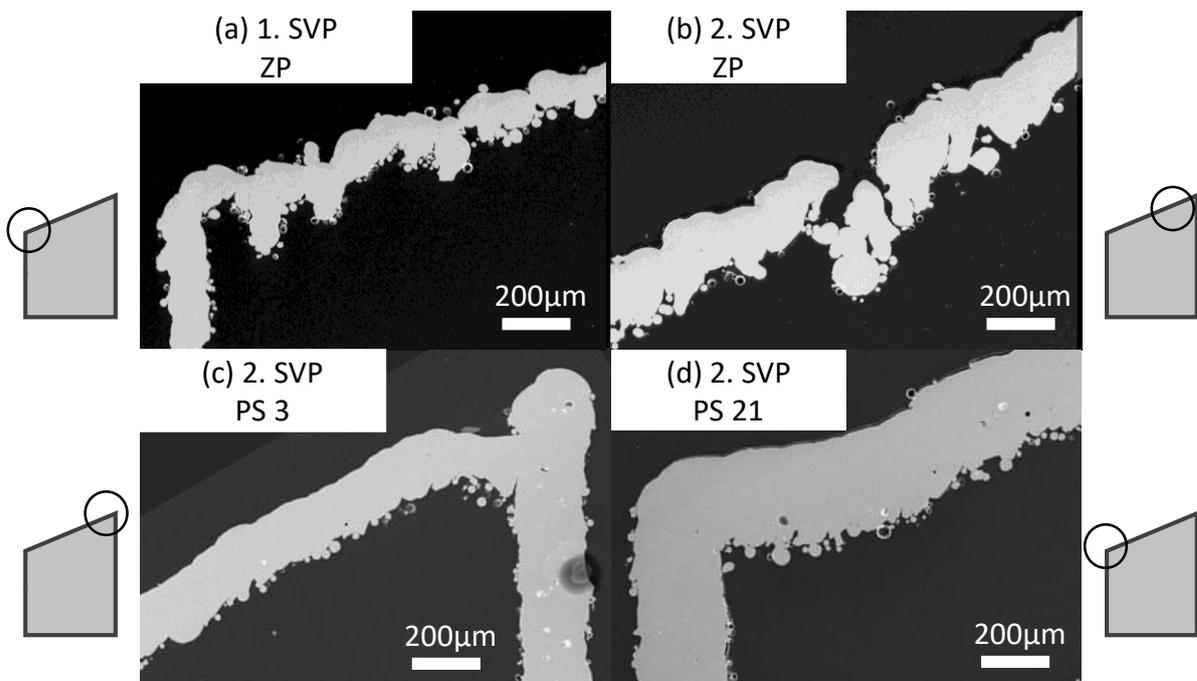


Abb. 7.11: Querschnitte von Proben mit unterschiedlichen Defektarten. Defekte aufgrund von Bindefehlern: (a) ZP-Probe des ersten statistischen Versuchsplans (b) einzelne Defektstelle in ZP-Probe des zweiten statistischen Versuchsplans. (c) Mechanische Verformung aufgrund von Spannungen an einer Kontaktstelle zweier Wände. (d) Verformung vermutlich auch durch thermische Effekte im Bauprozess. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].

Bei erhöhter Linienenergie der ZP-Proben des zweiten statistischen Versuchsplans zeigen die Schnittbilder eine verbesserte Verbindung zwischen den Schmelzspuren, auch

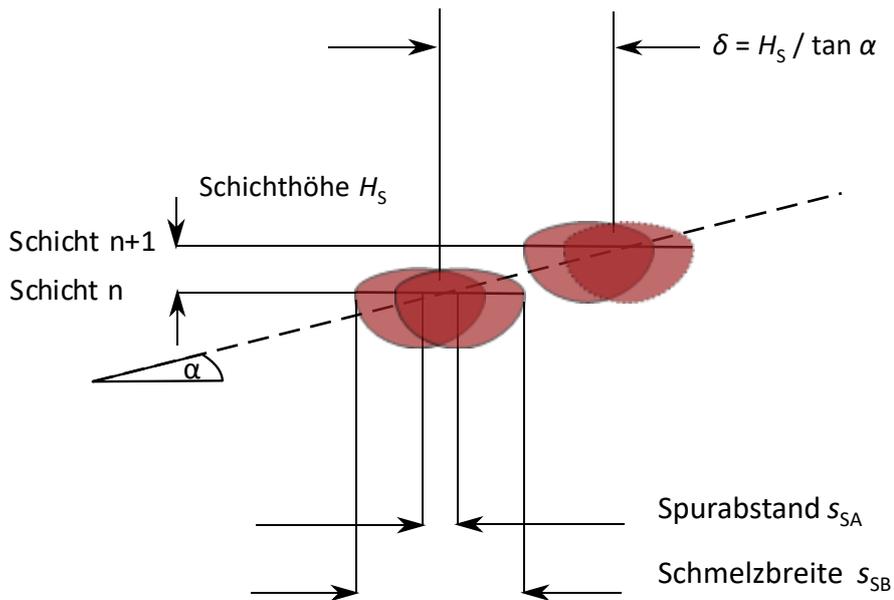


Abb. 7.12: Versatz der Lasertrajektorien und damit der Schmelzspuren aus zwei aufeinanderfolgenden Schichten einer im Winkel α geneigten Wand. Adaptiert aus Grinschek et al. [2]

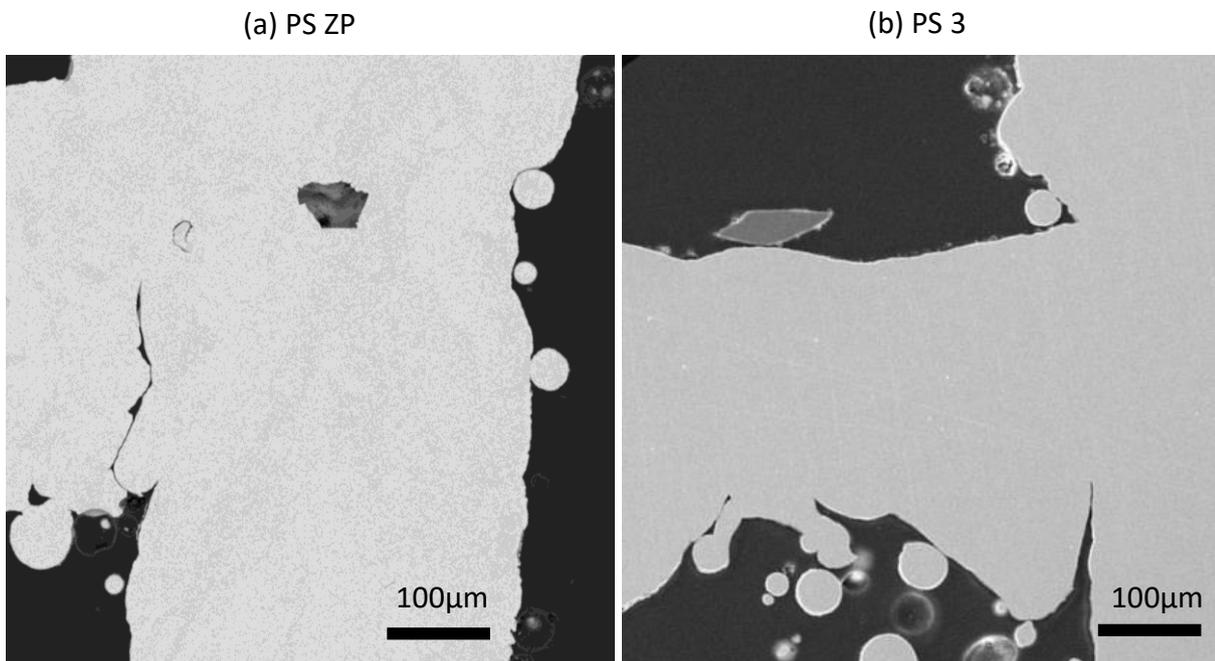


Abb. 7.13: Detailaufnahmen der Kontaktstelle der senkrechten zur geneigten Wand an der oberen Spitze der Probekörper: (a) Probekörper mit Parametern des ZP des zweiten statistischen Versuchsplans mit deutlichem Riss bzw. Bindefehler. (b) Verformung und Bindefehler an Probe des zweiten statistischen Versuchsplans mit PS 3. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].

in den überhängenden Bereichen, wie in Abbildung 7.13 (b) ersichtlich ist. Im Überhangsbereich wurde eine einzige Stelle gefunden, an der ebenfalls eine unzureichende Verbindung der Schicht vorlag und die Wand somit nicht geschlossen war. Der Einfluss einzelner kleiner Agglomeraten oder unregelmäßig geformter Partikel ist aufgrund der geringen Wandstärke stärker ausgeprägt und könnte einer der Gründe für die lokale mangelnde Verschmelzung in Abbildung 7.11 (b) sein. Diese Defekte traten vorwiegend an der Spitze der Proben auf. Eine mögliche Erklärung dafür liegt darin, dass die Laserpfade in diesem Bereich enger beieinander liegen. Dies kann dazu führen, dass sich die Schmelzbahnen gegenseitig beeinflussen, durch beispielsweise eine ungleichmäßige Verteilung des Pulvers in der Nähe der Schmelzspuren oder durch Spritzer, wie in der Literatur beschriebene Studien zeigen [161]. In Abbildung 7.11 (c) ist die Verbindung zwischen der geneigten Fläche und der vertikalen Wand für eine PS 3-Probe abgebildet. Hier ist ein Kanteneffekt zu erkennen, der durch einen plötzlichen Anstieg der Wärmeleitfähigkeit beim Kontakt mit der senkrechten, runden Wand verursacht wird. Dies kann auch zu Rissen oder mangelndem Aufschmelzen an der Kontaktstelle führen, wie in Abbildung 7.13 anhand zweier Detailaufnahmen näher dargestellt ist. Die Tatsache, dass solche Kontaktstellen eine Hauptursache für Leckagen darstellen, stimmt mit den Ergebnissen der in den Abbildungen 7.10 dargestellten Blasentests überein. In diesen Tests traten die meisten Lecks an der Oberkante auf.

Abbildung 7.11 (d) zeigt die typischen Partikelanhaftungen auf der nach unten weisenden Oberfläche. Darüber hinaus ist auch ein Durchhängen der Wand zu erkennen. Dünne Wände neigen aufgrund von thermischen Spannungen und mechanischen Kräften zu größeren Abweichungen [176–178, 202]. Verstärkt wird dieser Effekt durch die höhere Temperatur der Schmelze in den Bereichen, die nicht von festem Material gestützt werden [203]. Dies führt zu einer relativen Verschiebung der Schicht im Vergleich zum CAD-Design.

7.3.5 Wandstärke

In Abbildung 7.14 und Tabelle 7.7 sind die Ergebnisse der Bestimmung der Wandstärke und Schmelzbreite aus den REM-Querschnittsaufnahmen aufgeführt. Die geometrischen Größen sind in Abbildung 7.15 veranschaulicht. Die Schmelzspurbreite s_{SSB} bezeichnet die Breite des aufgeschmolzenen Materials einer einzelnen Laserbahn und ergibt sich aus der Schmelzbreite s_{SB} der beiden Schmelzspuren sowie dem Spurabstand s_{SA} . Wie erwartet nimmt die Schmelzspurbreite mit höherem Energieeintrag zu. Die Ergebnisse verdeutlichen, dass eine geringere Defektdichte mit einer höheren Wandstärke erkaufte wird. Die Proben, die mit den PS 3 und 9 gefertigt wurden, haben eine Wanddicke im Bereich von 200 μm , während die gasdichten Proben in allen Versuchen (PS 6, 20, 21 vgl. auch 7.7) Wandstärken im Bereich von 300 μm aufweisen.

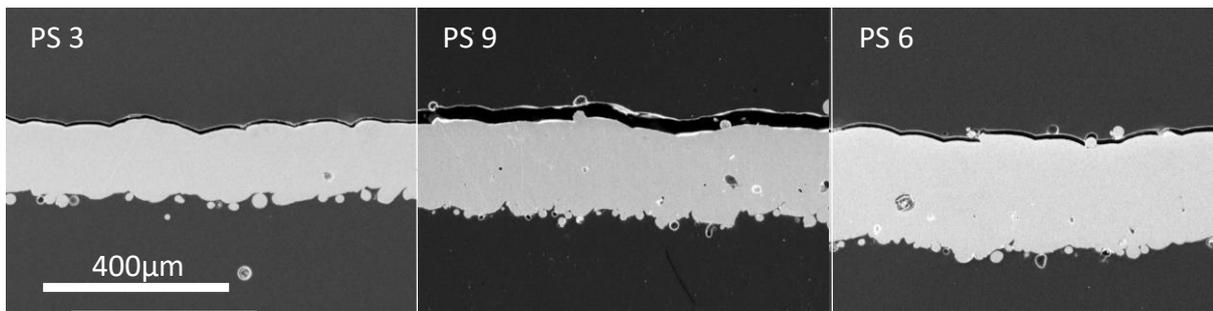


Abb. 7.14: REM-Aufnahmen der schrägen Wände für die Parametersätze 3, 6 und 9 des zweiten statistischen Versuchsplans. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].

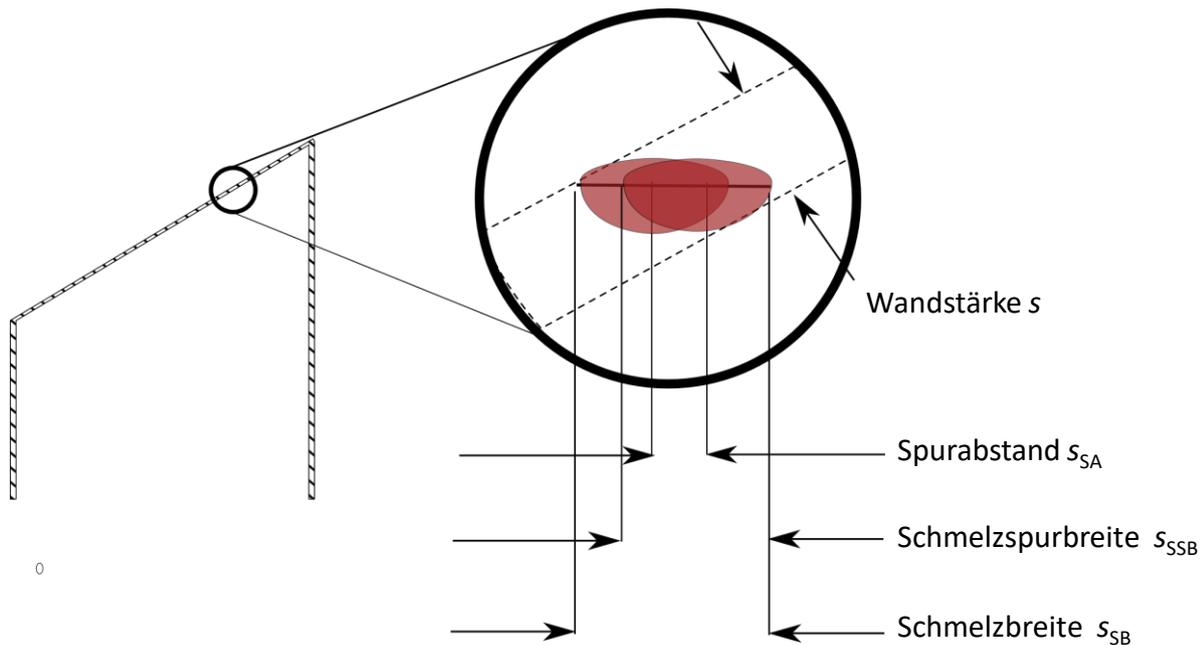


Abb. 7.15: Schematische Darstellung der geometrischen Größen aus Tabelle 7.7. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].

Im Vergleich zum Abstand δ zwischen den Spuren aufeinanderfolgender Schichten (vgl. 7.12) ist die Schmelzbreite bei diesen Parametern etwa dreimal so groß, was einer horizontalen Überlappung von etwa 60 % bis 70 % zwischen zwei aufeinander folgenden Schichten entspricht. Der Abstand der zwei Schmelzspuren für die PS 3 und 9 liegt im Bereich von 30 % der Spurbreite. Gleichzeitig ergibt sich aus Gleichung 7.6, dass kleinere Wandstärken nur durch eine kleinere Pulverschichthöhe möglich sind.

7.3.6 Einfluss des Überhangwinkels

Mit PS 9 (Laserleistung P_{Laser} von 80 W und Scangeschwindigkeit von $0,25 \text{ m s}^{-1}$) wurde ein Parametersatz für den Druck von Probekörpern mit einer geringen Wandstärke und gleichzeitig akzeptablem Risiko für Defektstellen gefunden. Der nächste Schritt war

Tab. 7.7: Aus den REM-Aufnahmen der Querschliffe bestimmte Wandstärken s , Schmelzspurbreiten s_{SSB} und Schmelzbreiten s_{SA} . Der geometrische Zusammenhang dieser Größen ist in Abbildung 7.15 dargestellt.

PS	E_L / Jm^{-1}	$s_{SA} / \mu\text{m}$	$s / \mu\text{m}$	$s_{SB} / \mu\text{m}$	$s_{SSB} / \mu\text{m}$
3	426	48	201	232	184
6	800	30	283	327	297
9	320	60	216	249	189
20	574	12	280	323	311
21	574	48	303	350	302

die Überprüfung der Parameter für verschiedene Neigungswinkel. Hierbei wurden die Spurabstände variiert, da Gleichung 7.6 einen Zusammenhang erwarten ließ.

Wie erwartet waren die Oberflächen bei höheren Neigungswinkeln als 60° wesentlich besser (siehe Abbildung 7.16). Die Helium-Leckagemessungen zeigten, dass alle Proben mit höheren Neigungswinkeln unabhängig vom Spurabstand gasdicht waren. Die Versuche für $\alpha = 30^\circ$ bestärken die Annahme, dass durch einen größeren Spurabstand eine bessere Überlappung der Schmelze von aufeinanderfolgenden Schichten erreicht wird. Die Proben mit geringem Spurabstand $\leq 48 \mu\text{m}$ waren in allen drei Wiederholungen undicht, während oberhalb dieses Spurabstandes jeweils zwei der drei Proben gasdicht waren. In Abbildung 7.17 sind Querschnitte der Proben mit einem Spurabstand von $72 \mu\text{m}$ dargestellt. Die Morphologie unterstreicht die in Abschnitt 7.3.4 gegebenen Erklärungen. Mit zunehmender Neigungswinkel α wird die Bildung von Partikelanhaftungen reduziert. Obwohl die 45° - und 60° -Proben kein Leck aufweisen, ist die Struktur in der oberen Ecke auf der nach unten gerichteten Seite unregelmäßig. Dies unterstreicht erneut die Tatsache, dass scharfe Kanten vermieden werden sollten. Darüber hinaus wies dieser Parametersatz auch eine Reihe geschlossener kreisförmiger Poren auf, insbesondere in den senkrechten Wänden. Da in der Zielanwendung die Strukturen nicht hoch mechanisch belastet werden, können solche geschlossenen Poren toleriert werden. Winkelabhängige Parameter könnten dazu beitragen, diesen Effekt zu vermeiden, da bei niedrigeren Linienenergieeinträgen, wie in Abbildung 7.11 dargestellt, diese Poren in der senkrechten Wand nicht auftraten.

7.3.7 Optimierung der Parameter hinsichtlich Geschwindigkeit

Die doppelte Belichtung erhöht die Fertigungszeit im Zusammenspiel mit der relativ langsamen Belichtungsgeschwindigkeit von $0,1 \text{ m s}^{-1}$ bis $0,25 \text{ m s}^{-1}$. In Vorversuchen wurde jedoch festgestellt, dass eine einfache Belichtung zu einer stark erhöhten Defektdichte führte. So wiesen selbst die Seitenwände eine Vielzahl von Defekten auf. Dies

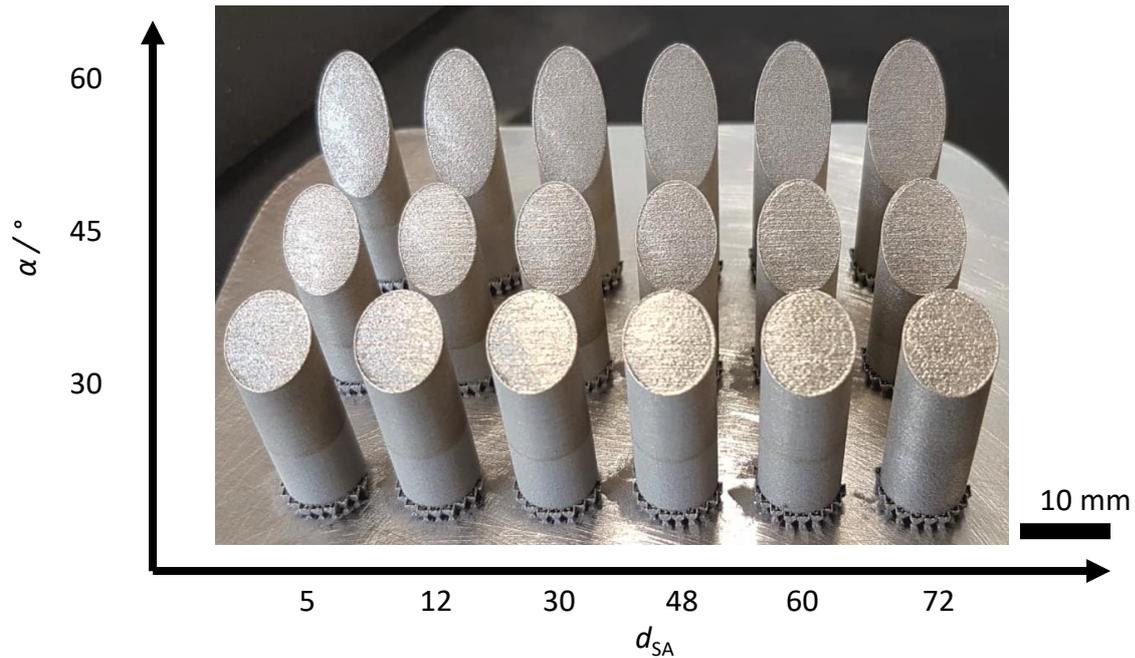


Abb. 7.16: Additiv gefertigte Proben mit unterschiedlichen Neigungswinkeln und Scanabständen. Alle Proben wurden mit konstanter Laserleistung $P_{\text{Laser}} = 80 \text{ W}$ und einer Scange-
schwindigkeit von $v_{\text{Laser}} = 0,25 \text{ m s}^{-1}$ gefertigt. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].

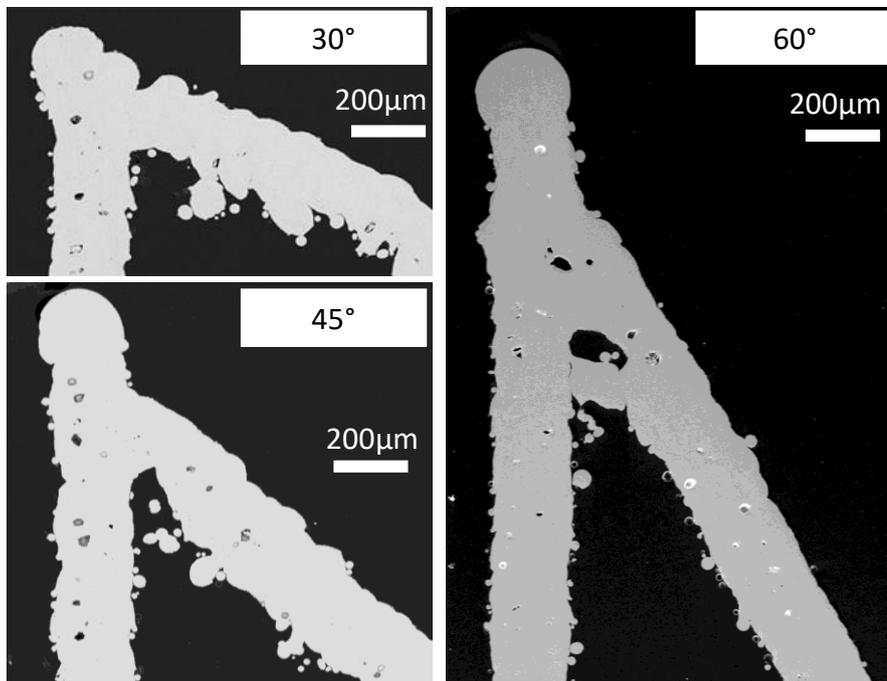


Abb. 7.17: REM-Aufnahmen der Querschnitte bei verschiedenen Neigungswinkeln. Laserparam-
ter: $P_{\text{Laser}} = 80 \text{ W}$, $v_{\text{Laser}} = 0,25 \text{ m s}^{-1}$ und $d_{\text{SA}} = 72 \mu\text{m}$. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].

steht in Übereinstimmung mit der Literatur, in der die Doppelbelichtung zur deutlichen Reduktion der Porosität beschrieben wird [151, 204]. Mit der ersten Belichtung sollte die Bildung von größeren Partikel und Schweißrauch reduziert werden. Daher wurde die erste Belichtung mit einer deutlich erhöhten Scangeschwindigkeit von 1 m s^{-1} bei einer Laserleistung von nur 52,5 W durchgeführt. Dies ermöglicht eine Reduktion der Belichtungszeit um etwa 40 % ohne merkliche Erhöhung der Wahrscheinlichkeit des Auftretens von Leckagestellen in den fertigen Bauteilen.

Kurzzusammenfassung

In diesem Kapitel ist die Parameterfindung für die Fertigung dünnwandiger gasdichter Bauteile mit überhängenden Flächen mittels des PBF-LB/M-Verfahren beschrieben. Dazu wurde eine Doppelbelichtungsstrategie und eine Methode zur Ermittlung der optimalen Fertigungsparameter vorgeschlagen. Mit der statistischen Versuchsplanung wurde das Prozessfenster für den Spurabstand, die Scangeschwindigkeit und die Laserleistung identifiziert. Es wurde eine direkte Korrelation zwischen Leckagerate und Linienenergie innerhalb des Prozessfensters nachgewiesen. Es konnte an Probekörpern demonstriert werden, dass es möglich ist gasdichte Wände unter $s < 300 \mu\text{m}$ mit einem Überhangwinkel 30° mit dem PBF-LB/M-Verfahren herzustellen, trotz der geringen Fehlertoleranz bei solch dünnen Wänden. Die durchgeführten Rauigkeits- und Leckageratenmessungen verdeutlichen, dass die Wiederholbarkeit des Prozesses ein kritischer Faktor ist. Ein detaillierter Blick auf die Querschnitte der Proben ergibt, dass die Überlappung zwischen den Schmelzspuren zweier Schichten ausreichend sein muss ($> 60\%$ bis 70%). Zudem ist das Design kritisch, da die Leckagestellen meist an den scharfkantigen Rändern der Proben auftraten. Abschließend wurden die Parameter in der Anwendung noch hinsichtlich der Aufbaurate optimiert und es gelang die Aufbaurate um bis zu 40 % ohne merkliche Erhöhung der Defektdichte zu steigern.

Fertigungsgerechte Konstruktion von helikalen Rektifikationsapparaten

Dieses Kapitel überführt die Konzepte und Anforderungen aus den vorherigen Kapiteln in eine fertiggerechte Gestalt – den sogenannten HeliDist-Einheiten. Aufgrund der unterschiedlichen Gestaltungsrichtlinien für das PBF-LB/M- und das BJT/M-Verfahren (vgl. auch Kapitel 6) unterscheiden sich die Konstruktionsprozesse und werden daher jeweils dezidiert beschrieben. Die verwendeten Systeme wurden bereits in Kapitel 6 vorgestellt. Abschließend wird ein Vergleich der Verfahren anhand der Fertigungszeiten und Kosten durchgeführt, um die praktische Eignung der Verfahren für die Herstellung mikrostrukturierter, verfahrenstechnischer Apparate zu evaluieren. Dieses Kapitel basiert unter anderem in Teilen auf den Ergebnissen der studentischen Arbeit von A. Reuter und auf den veröffentlichten Ergebnissen [2, 4] des Verfassers.

8.1 Konzeptioneller Aufbau der CAD-Modelle

Um einen schnellen Design-Fertigungs-Zyklus zu erreichen, ist es wichtig, eine Vielzahl von Varianten des CAD-Modells leicht zu generieren. Dies muss bereits während des strukturellen Aufbaus des Modells berücksichtigt werden. So wurden alle wichtigen geometrischen Größen, z. B. die Höhe der Kanäle oder die Anzahl der Windungen, in den CAD-Modellen (Autodesk Inventor, Vereinigte Staaten) parametrisiert. Diese wurden in einer zugehörigen Microsoft-Excel-Datei gespeichert und ermöglichen ohne tiefgreifende Kenntnisse die Modellanpassung. Für die Änderung der Parameter einer Einheit benötigt die Konstruktion nur die Zeit, die notwendig ist um zu überprüfen, ob alle Änderungen korrekt umgesetzt wurden. Außerdem wurden die Modelle so gestaltet, dass einzelne Elemente z. B. Anschlüsse als eigenständige CAD-Modelle wiederverwendet werden können, um den Designaufwand zu reduzieren und eine Integration in eine Modellbibliothek zu ermöglichen (vgl. auch [205]).

8.2 Apparategestaltung für das PBF-LB/M-Verfahren

Dem modularen Designansatz folgend wurde der Aufbau der Modelle für das PBF-LB/M-Verfahren modular konzeptioniert und aufgebaut. Nach der Konstruktion der helikalen

Kanäle als eigenständiges CAD-Modell sowie von Einbauten zur Trennleistungssteigerung wurden verschiedene Anschlusskonzepte hierfür entwickelt: Eine integrierte Variante für Einzelapparate (HeliDist-Einheit der 1. Generation), eine integrierte modulare Anschlussvariante (HeliDist-Einheit der 2. Generation) und eine hybrid gefertigte modulare Variante für die (Klein-)Serienfertigung (HeliDist-Einheit der 3. Generation).

8.2.1 Helikaler Kanal

Mit dem PBF-LB/M-Verfahren können, wie in Kapitel 6 und 7 dargelegt, keine beliebigen Überhänge gefertigt werden. Die Bodenfläche eines helikalen Kanals mit einer Ganghöhe von wenigen Millimetern stellt jedoch einen solchen Überhang dar (vgl. auch Abbildung 8.1 links). Diese Flächen müssten mit Stützstrukturen stabilisiert werden. Diese wären aufgrund der geringen Wandstärke nur sehr schwer bzw. unmöglich zu entfernen. Daher ist eine Anpassung der Geometrie an diese Restriktion notwendig. Ein fertigungsgerechtes AM-Design von Fluidkanälen ist durch diese Einschränkung und nicht durch die tatsächlich optimale Fließform bestimmt [206].

Durch Lösen von der Anforderung eines streng in eine Richtung helikal aufsteigenden Kanals und Verkipfung der zentralen Achse der Helix (Abbildung 8.1 Mitte) um 45° werden die Kanalwände fertigbar. In der Applikation müssen die Apparate in einem 45° -Winkel montiert werden, wie in Abbildung 8.1 rechts dargestellt. Durch die Beibehaltung der zylindrischen Außenform sind die Flächen der Ober- und Unterseite des Kanals nicht mehr ringförmig, sondern elliptisch (vgl. auch A.4). Da von einer besseren Durchmischung der Strömung durch die Erweiterung und Verengung des Kanals auszugehen ist, schien diese Form vorteilhafter zu sein. So wurden bereits sinusförmige Kanäle für die Anwendung in Mikrodestillationsapparaten vorgeschlagen [66] und eine Steigerung des Wärmeübergangs für helikale Kanäle mit variierendem Durchmesser gezeigt [207]. Zudem wird der Laufweg pro Höhe um den Faktor $\sqrt{2}$ vergrößert (vgl. auch Anhang A).

Nach der Modellierung aus Kapitel 3 und 4 sollte der Außendurchmesser möglichst groß sein. Wie bereits erwähnt, sind jedoch dünne Wände instabil. An Testkörpern zeigte sich, dass der maximale Durchmesser, der stabil fertigbar war, etwa 25 mm betrug. Größere Durchmesser führten zu Verformungen durch Spannungen in den geneigten ebenen Flächen. Somit wurde der Außenradius R_a auf 12,5 mm festgelegt. Um ein direktes Durchströmen im Kern des spiralförmigen Kanals zu verhindern, wurde ein Innenrohr mit $R_i = 2,5$ mm vorgesehen. Um eine Phasentrennung im oberen und unteren Bereich der Einheiten zu gewährleisten, wurde der Abstand zwischen der oberen und unteren Wand zu den helikalen Flächen auf mindestens die zweifache Kanalhöhe H_K vergrößert.

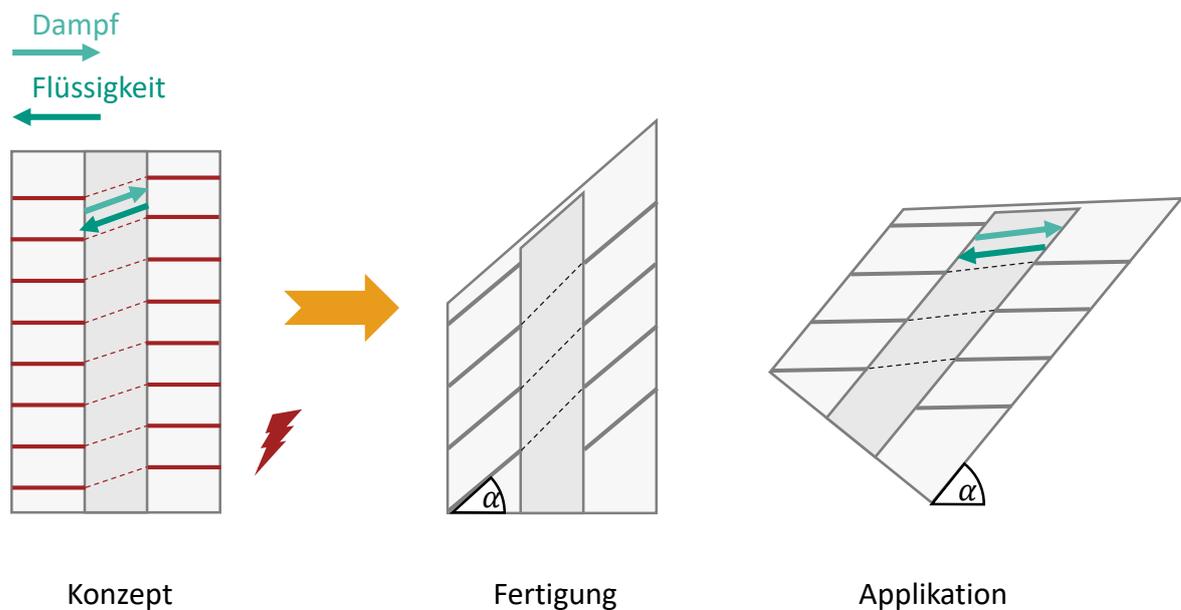


Abb. 8.1: Illustrative Darstellung zur Fertigung von spiralförmigen Kanälen mit geringer Höhe mit dem PBF-LB/M-Verfahren. Links: Bei senkrechtem Aufbau der spiralförmigen Kanäle sind Stützstrukturen für die Kanalwände (rot) notwendig. Mitte: Durch die Verkippung der Kanäle werden die Überhänge steiler und hierdurch fertigbar. Rechts: In der Applikation wird dadurch eine Verkippung des Apparates notwendig. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].

8.2.2 Einbauten zur Trennleistungssteigerung

Aus der Modellierung in Kapitel 4 folgt, dass insbesondere eine Durchmischung der Gasphase eine Möglichkeit ist, die Trennleistung zu steigern. Um eine solche Durchmischung zu erzielen, wurden Einbauten konstruiert, die den oberen Teil des Gasraumes versperren (vgl. auch Abbildung 8.2) und zu einer Durchmischung in vertikaler Richtung führen. Die Einbauten wurden im Abstand von je einer halben Windung angeordnet und erweitern sich in Aufbaurichtung aufgrund der Überhangrestriktion. Die Ausrichtung der Elemente war jeweils so, dass abwechselnd die Strömung aufgrund des größeren freien Strömungsquerschnitts nach innen bzw. nach außen getrieben werden sollte. Dies sollte zu einer Durchmischung auch in lateraler Richtung führen.

Daneben wurden noch sogenannte regelmäßige Gitterstrukturen (engl. Lattice) als Flüssigkeitsführung verwendet. Diese sollten ähnlich der horizontalen Destillation über Kapillarkräfte die Flüssigkeit halten (vgl. auch Abschnitt 2.2.2). Die CAD-Modelle der Strukturen wurden mittels der Software Siemens NX (Siemens, Deutschland) bzw. Netfabb (Autodesk, USA) erzeugt. Als Grundelement wurde jeweils eine kubische zentrierte Einheitszelle, wie in Abbildung 8.3 links dargelegt, verwendet. Bei Schichthöhen kleiner der Einheitszellengröße, wurde die Zelle entsprechend aufgetrennt (vgl. auch Abbildung 8.3). Die Stegbreite s und die Einheitszellengröße L kann dabei variiert werden. Die

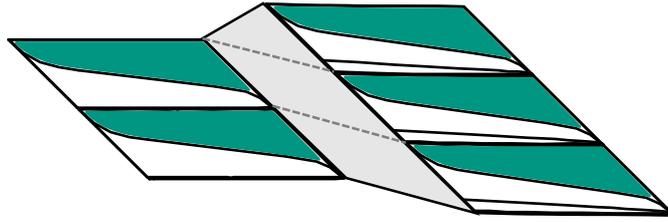


Abb. 8.2: Schematische Zeichnung der Einbauten zur Durchmischung der Gasphase. Diese befinden sich jeweils nach einer halben Windung. Durch die alternierende Abfolge des größeren freien Strömungsquerschnitte von der inneren Seite zu Außenseite, soll eine zusätzliche Durchmischung der Gasphase erzielt werden.

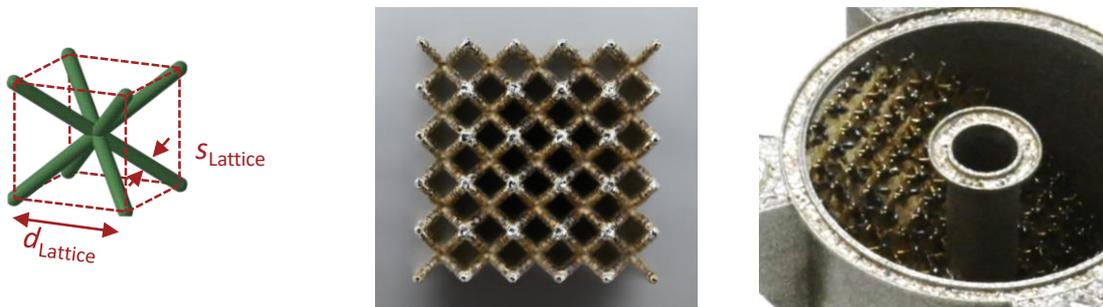


Abb. 8.3: Regelmäßige Gitterstrukturen (engl. Lattice) zur Flüssigkeitsführung. Links: Einheitszelle der Struktur. Mitte: Gefertigter Testwürfel mit einer charakteristischen Länge von 2 mm. Rechts: Struktur im Apparat.

Stegbreite s ergibt sich vornehmlich aus den Laserparametern. Mit den Parametern für die dünnen Wände ergibt sich eine Stegbreite von etwa $200\ \mu\text{m}$ bis $300\ \mu\text{m}$. Die Porosität errechnet sich aus einfachen geometrischen Überlegungen zu (vgl. auch [208]):

$$\epsilon \approx 1 - \sqrt{3}\pi \frac{s^2}{L^2}. \quad (8.1)$$

8.2.3 Integrierte Anschlussvariante für Einzelapparate

Neben der (fertigungsgerechten) Gestaltung des Kernelements der helikalen Rektifikationsapparatur sind die Fluidanschlüsse und eine geeignete Befestigung wichtige Elemente. In Abbildung 8.4 ist beispielhaft an einem Apparat mit acht Windungen das Anschlusskonzept dargestellt. Als Schnittstelle wurden M5-Innengewinde, die mittels pneumatischen Steckverschraubungen den Anschluss von Schläuchen erlauben, vorgesehen. Sie sind vergleichsweise kompakt und erlauben eine schnelle Montage und Demontage. Wie in Abschnitt 6 beschrieben, müssen die gefertigten Teile von der Bauplattform des Druckers

mechanisch abgetrennt werden. Typischerweise werden die Bauteile dazu mit einer 2 mm bis 3 mm hohen Stützstruktur zur Bauplatte gefertigt. Dieser Zwischenbereich wird mit einer Handsäge durchtrennt. Da diese rauen und teilweise scharfkantigen Flächen in der Regel noch maschinell nachbearbeitet werden müssen, liegt es nahe, die Anschlüsse an dieser Stelle zu platzieren, um alle Schritte der Nachbearbeitung (Entfernung von Stützstrukturen und das Gewindeschneiden) in einer einzigen Einspannung durchführen zu können. Um die hohen Kräfte, die zur Fixierung in einem Maschinenschraubstock notwendig sind, aufzunehmen, wurde eine umlaufende Wand mit einer Höhe von 25 mm dem Modell hinzugefügt. Um Wärmeverluste durch Wärmeleitung aus dem Apparat in diesen Rahmen zu reduzieren, wurde er so weit wie möglich von der eigentlichen Struktur entfernt positioniert. Aus demselben Grund wurden die Anschlüsse nur im Bereich der M5-Gewinde dickwandig ausgeführt und ebenfalls möglichst weit außen positioniert. Gleichzeitig ist es notwendig, den begrenzten Bauraum effektiv zu nutzen. Die Außenabmessungen wurden so gewählt, dass auf einer Bauplatte des verwendeten PBF-LB/M-Systems vier Apparate gleichzeitig gefertigt werden können.

Nach dem Prinzip der Funktionsintegration [209] wurden in diese Wand noch weitere Funktionen integriert, wie in Abbildung 8.4 rechts dargestellt. Zum einen wurden Tastflächen zur Positionsbestimmung der computergestützten numerischen Steuerung (englisch: Computerized Numerical Control, CNC) der Fräse vorgesehen, wodurch die Nachbearbeitung vereinfacht wurde. Die Wand enthielt zudem noch die Beschriftung und eine Referenzlinie im 45°-Winkel zur Positionierung. Die Befestigung erfolgt über das in Abbildung 8.4 dargestellte Langloch, über das eine M4-Schraube mit der Platte verbunden wird. Ziel war es, die thermische Anbindung an die Halterung möglichst gering zu halten. Zur Verbesserung der Genauigkeit bei der Positionierung wurde im Verlauf der Arbeit ein Nut-und-Feder-System entwickelt. Hierbei wurden die parallelen Flächen der Öffnung für eine präzise Winkeljustierung genutzt.

8.2.4 Integrierte modulare Anschlussvariante

Die Einzelvariante war in ihrer maximal erreichbaren Windungszahl bei z. B. einer Ganghöhe von 5 mm durch die Bauraumhöhe des verwendeten PBF-LB/M-Systems auf 16 Windungen begrenzt. Sollen höhere Trennleistungen durch Verschaltung von mehreren Modulen erzielt werden, wäre dies grundsätzlich durch Verbindung der einzelnen Anschlüsse denkbar gewesen. Jedoch wären die Verbindungswege sehr lange, wodurch die Wärmeverluste zunehmen. Zudem würde die Betriebsstabilität signifikant beeinträchtigt, da die Verbindungsleitungen ein komplexes System von kommunizierenden Röhren mit Siphon-Effekten darstellen. Daher wurde für die Weiterentwicklung zur nächsten Generation eine zusätzliche Anforderung definiert – die Möglichkeit zur einfachen Verbindung der Apparate. Diese vereinfachte Kopplung wurde über einen nach oben geführten

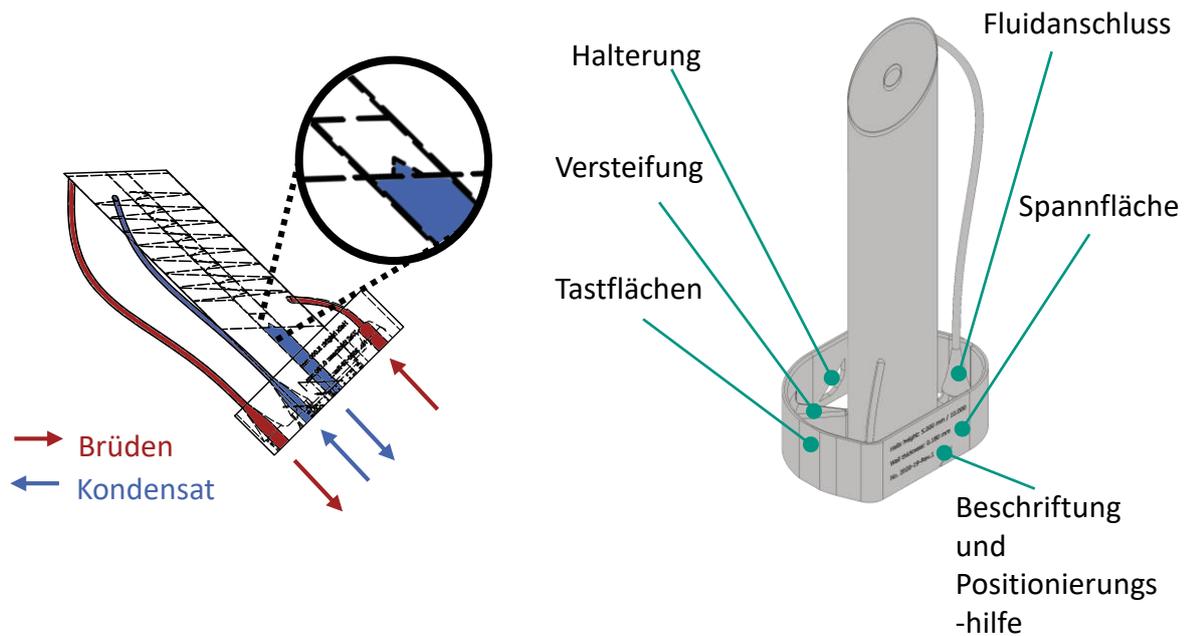


Abb. 8.4: Links: Seitenansicht einer HeliDist-Einheit der 1. Anschlussgeneration mit farblicher Hervorhebung der Fluidanschlüsse. Das Zentralrohr dient gleichzeitig als Kondensat-auslass. Rechts: Ansicht des CAD-Modells mit den Funktionen, die im Spannrahmen integriert wurden. Weitere Abbildung in Anhang E.



Abb. 8.5: Vergleich der Anschlussvarianten für die Ausrichtung in Baurichtung nach oben und nach unten. Um überhängende Flächen in den Anschlüssen zu vermeiden, wurde bei der nach oben gerichteten Variante ein tropfenförmiger Querschnitt genutzt.

Brüdenauslass und eine Kondensatzufuhr realisiert, auf die männliche Steckkupplungen aufgeschraubt werden konnten. Dies erlaubt die Verbindung zur Unterseite mit

einem weiteren Modul, wie in Abbildung 8.6 rechts unten dargestellt. Bei den nach oben geführten Anschlüssen wurde zur Vermeidung von überhängenden Flächen ein tropfenförmiger, anstatt des kreisförmigen Querschnitts gewählt (vgl. Abbildung 8.5). Die oberen Anschlüsse wurden durch einen fortgesetzten Rahmen fixiert. Die Oberflächengüte der additiv gefertigten Flächen an der Oberseite war ausreichend, um mit den O-Ring-Dichtungen der Pneumatikschnellverbinder eine dichte Verbindung zu bilden. Auf dieser Seite mussten daher nur die Gewinde nachgeschnitten werden. Es war aber entscheidend, dass die Gewinde schon additiv vorgefertigt wurden. Zum einen wurde so eine Zentrierung der Pneumatikanschlüsse sichergestellt. Zum anderen wurden die Kräfte beim Gewindeschneiden deutlich reduziert, sodass der Rahmen nicht voll ausgefüllt werden muss, sondern dünnwandig gefertigt werden konnte. Um die Fertigungszeit weiter zu reduzieren und einen Zugang zu eventuellen Leckagestellen zu gewähren, wurde der Rahmen stellenweise unterbrochen, wie in Abbildung 8.6 dargestellt. Der Rahmen erlaubt eine einfachere gleichmäßigere Isolierung der Einheiten durch Ausfüllen des Raums mit Isoliermaterialien (siehe auch Abschnitt 9.3.4 und Abbildung 8.6 rechts oben).

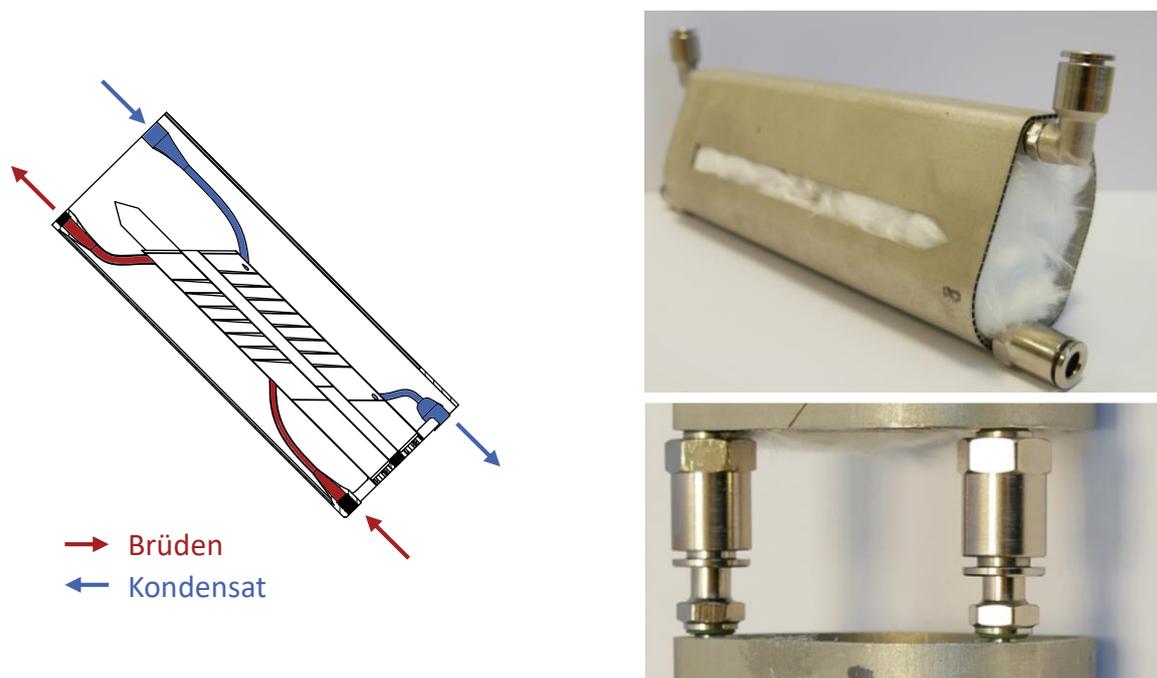


Abb. 8.6: Links: Schnittdarstellung der modularen integrierten HeliDist-Einheit. Rechts oben: Mit Glaswolle isolierter Apparat. Links unten: Detailansicht zweier gekoppelter Module. Weitere Abbildungen in Anhang E.

8.2.5 Hybrid gefertigte modulare Variante für die (Klein-)Serienfertigung

Die Apparate der ersten und zweiten Generation zeichnen sich zwar durch eine sehr hohe Fertigungsintegration aus und benötigen nur wenige Nachbearbeitungsschritte.

Für eine Fertigung von Apparaten mit einer Vielzahl von Windungen zeigten sich aber entscheidende Schwächen:

Die Frässchritte benötigten etwa 1 h bis 1,5 h pro Einheit. Aufgrund der geringen Wandstärke und der dadurch geringen Festigkeit sind nur geringe Abtragsraten möglich. Viel entscheidender für die Dauer des Entwurf-Fertigung-Test-Zyklus ist aber, dass eine Abhängigkeit von der verfügbaren Maschinenzeit der CNC-Fräse und dem geschulten Personal besteht. Diese Wartezeiten egalisierten teilweise den Vorteil durch die schnelle additive Fertigung.

Als ein weiterer kritischer Schritt zeigte sich die vollständige Entpulverung der Apparate. Diese benötigte etwa 30 min bis 45 min für eine Bauplatte mit vier Einheiten. War diese nicht vollständig erfolgt, konnte sich der Aufwand für den abschließenden Spülprozess um ein Vielfaches vergrößern und mehrere Stunden dauern.

Die Raumausnutzung der Apparate der ersten und zweiten Anschlussgeneration ist sehr gering. Betrachtet man Abbildung 8.6 so fällt auf, dass ein Großteil der Bauhöhe für die Zuleitung der Stoffströme an den Kopf und Sumpf benötigt wird. Zum anderen reduzieren die Anschlüsse jeweils den Strömungsquerschnitt zwischen den Apparaten. Dies ließ für die 3. Generation folgende Ziele definieren:

- Fräsflächen weiter reduzieren bzw. im Idealfall ganz vermeiden
- Entpulverungsaufwand verringern
- Packungsdichte der Apparate im Bauraum und in der Anwendung erhöhen.

Durch eine Trennung der Funktionen, d. h. dezidierte zylindrische Elemente mit helikalen Einbauten ohne Anschlussmöglichkeiten, könnte die Produktionsrate und Raumausnutzung deutlich erhöht werden (vgl. auch Abbildung 8.7), da die Fluidanschlüsse nur am Kopf, am eventuellen Feedzulauf und am Sumpf der Kolonne benötigt werden. Dies macht eine Verbindung der zylindrischen Elemente notwendig. Die geringe Festigkeit der Struktur ist hier eine große Herausforderung. Die Teile können ohne Stützrahmen nur schwer ohne Beschädigung entfernt und nachbearbeitet werden. Zwar stellt das Erodieren eine mögliche Form der Trennung dar, es ist jedoch kostenintensiv (vgl. auch [163]) und erfordert die Durchführung durch einen Dienstleister, da entsprechende Maschinen am IMVT nicht vorhanden sind. Um dies zu umgehen bietet sich ein hybrider Aufbau an. Hierbei wird auf ein zuvor (konventionell-)gefertigtes Teil aufgebaut, das auf der Bauplatte lösbar fixiert wird [210]. Dadurch entfällt die Notwendigkeit das Bauteil von der Bauplattform mechanisch abzutrennen und die Nachbearbeitungszeit kann deutlich reduziert werden. Für die hier geplante Anwendung könnte so die Notwendigkeit einer Einspannung für die Frässchritte entfallen und damit der dickwandige Stützrahmen. Als Fertigungsverfahren für die Grundplatte bietet sich das Laserschneiden an. Dieses erlaubt eine hohe Designfreiheit in einer Ebene, bei niedrigen Fertigungstoleranzen von

bis zu $\pm 0,05$ mm. Für mechanische Bauteile ist das Verfahren in [211–214] für Bleche beschrieben.

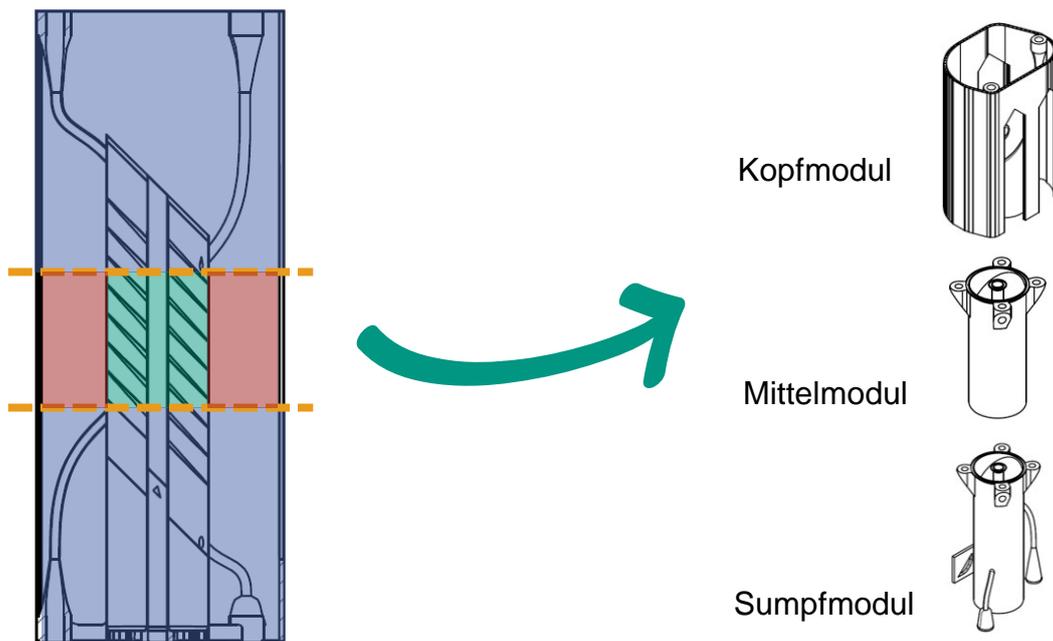


Abb. 8.7: Darstellung des geteilten Apparatekonzepts für die hybride Fertigung. Links: Darstellung des gewonnenen Bauraums (rot) durch die Trennung der Funktionen. Die spiralförmigen Kanäle (grün) benötigen nur einen kleinen Teil des Bauraums.

Ein so geteilter Apparat aus Kopf-, Mittel- und Sumpfmodulen ist in Abbildung 8.8 dargestellt. Die Abdichtung der Flanschverbindung erfolgte mittels zweier O-Ringe sowie vier M4-Schrauben. Durch die Einlegeteile wird zudem direkt eine hohe Oberflächengüte der Unterseite ohne zusätzliche Arbeitsschritte gewährleistet. Durch die gestattete verstärkte plastische Verformung der O-Ringe während der Montage können die Unebenheiten in den additiv gefertigten Nuten ausgeglichen werden, wodurch eine dichte Verbindung ohne zusätzliche Fertigungsschritte ermöglicht wurde. Die Position der Schraubenverbindungen wurden leicht asymmetrisch angeordnet, um Montagefehler auszuschließen. Die Position und Gestalt der Fluidanschlüsse blieben erhalten, um eine Vergleichbarkeit und Kompatibilität zwischen den Anschlussvarianten zu gewährleisten. Aufgrund dessen, dass die Gewinde in die Einlegeteile vor der Fertigung geschnitten werden können, konnte auf einen Rahmen bei den Anschlusseinheit für den Sumpf der Kolonne verzichtet werden – mit Ausnahme eines kleinen Segmentes zur Befestigung im Teststand (vgl. auch 8.8). Für die Kopfeinheit bleibt der Rahmen jedoch erhalten zur Fixierung der Anschlüsse. Auf die Entwicklung der Einlegeteile wird im Folgenden näher eingegangen.

Konstruktion Einlegeteile

Die Konstruktion der Einlegeteile war für den hybriden Aufbau des Apparates entscheidend. Wie schon bei den vorherigen Anschlussvarianten galt es auch hier eine möglichst große thermische Entkopplung durch geringen Materialeinsatz zu gewährleisten. Als



Abb. 8.8: Dreiteilige hybrid gefertigte HeliDist-Einheit. Weitere Abbildung in Anhang E.

Ausgangsmaterial wurde Edelstahlblech (1.4401) mit einer Stärke von 2 mm ausgewählt, da es einen guten Kompromiss zwischen Festigkeit und der mit zunehmender Blechstärke abnehmenden Fertigungspräzision des Laserschneidverfahrens bietet. Die Positionierung auf der Bauplatte erfolgt über 2 mm Zentrierstifte, hierfür wurden zwei Passungen im Einlegeteil vorgesehen. Die Form der Einlegeteile für Kopf- und Sumpfteil ist durch die Position der Anschlüsse grundsätzlich gegeben. Um möglichst wenig Material zu verwenden und so die Wärmeleitung zu reduzieren, sollten die Einlegeteile idealerweise nur aus den Bereichen bestehen, auf denen auch Material aufgeschmolzen wird. Es müssen bei der Konstruktion jedoch auch die Einschränkungen durch das Laserschneidverfahren, die Toleranzkette des Einlegeteil-Bauplatte-PBF-LB/M-Systems und die notwendige Festigkeit berücksichtigt werden. Durch Positionsabweichungen des Einlegeteils kann es zu Fehlstellen kommen, wenn der belichtete Bereich im Pulverbett liegt, wie in Abbildung 8.9 links dargestellt. Die Toleranzkette ergibt sich wie folgt:

- Fertigungstoleranzen des Einlegeteiles
- Positionierung der Bauplatte im Bauraum und Abweichungen des Bauplattenkoordinatensystems vom Maschinenkoordinatensystem
- Positionierung des Einlegeteiles auf der Bauplatte: Die Positionierung der Einlegeteile durch die Stiftpassungen weist leichte Toleranzen auf.
- Abweichungen der Schmelzspurbreite: Wie schon in Abschnitt 7 dargelegt, entspricht die Schmelzspurkompensation nicht der tatsächlichen Spurbreite, dadurch kommt es zu einer Abweichung.

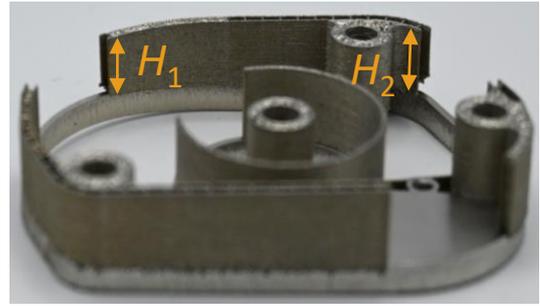
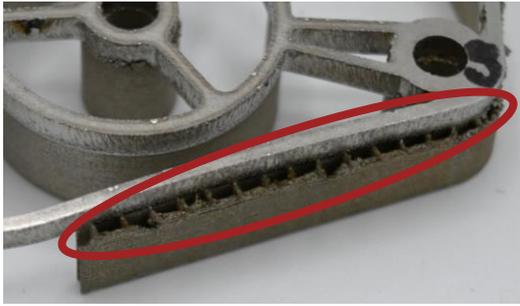


Abb. 8.9: Defekte bei der hybriden additiven Fertigung. Links: Fehlstelle durch Versatz zwischen Einlegeteil und darauf additiv gefertigtem Rahmen. Rechts: Durch thermisch induzierten Verzug während der Belichtung verursachte Verformung des Einlegeteiles, wodurch eine unterschiedliche Aufbauhöhe hervorgerufen wird ($H_1 < H_2$).

In Abbildung 8.10 werden die Ergebnisse dargestellt. Um sicherzustellen, dass die Belichtung innerhalb des Einlegeteiles gewährleistet ist, wurden die Teile mit einem Mindestübermaß von 0,75 mm produziert. Zukünftig könnte dies durch (Weiter-)Entwicklungen der Kamerasysteme der PBF-LB/M-System vermieden werden [215, 216].

Neben den Abweichungen in x - y -Richtung kam es zu einer Abweichung in z -Richtung. Bei dem verwendeten PBF-LB/M-System konnte es zu Verkippungen im Bereich von bis zu $0,5^\circ$ der Auflagefläche der Bauplatte kommen. Dies führt durch den ungleichmäßigen Auftrag des Pulvers in den ersten Schichten, insbesondere bei mehreren hintereinander geschalteten Modulen, zu einer deutlichen Abweichung. Dies machte eine genaue Ausrichtung der Bauplatte vor dem Druck über die Zentrierstifte notwendig.

Die notwendige Stegbreite wird maßgeblich von der Bedingung, dass die thermischen Eigenspannungen aufgenommen werden müssen, bestimmt [211, 213]. Durch die geringe Masse und die schlechtere Anbindung neigt das Einlegeteil zu Verzug, insbesondere wenn die Form nicht symmetrisch ist, wie bei den Kopfmodulen (vgl. auch Abbildung 8.9 rechts). Zur Reduktion des Verzugs wurden verschiedene Füllgrade, wie in Abbildung 8.11 beispielhaft für 3 Varianten dargestellt, untersucht. Es zeigte sich, dass die Wabenstruktur mit einem mittleren Verzug von etwa 0,17 mm in einer ähnlichen Größenordnung lag wie bei einem voll gefüllten Einlegeteil (vgl. auch Tabelle 8.1). Aus diesem Grund wurde die Wabenstruktur verwendet. Bei den Einlegeteilen ohne Anschlüsse waren die thermisch induzierten Spannungen symmetrisch, daher konnte dort auf zusätzliche Verstärkungen verzichtet werden, was einen kleineren Materialeinsatz erlaubt. Dadurch wurden bis zu 9 Einheiten pro Bauplatte möglich (vgl. auch Abbildung 8.12).

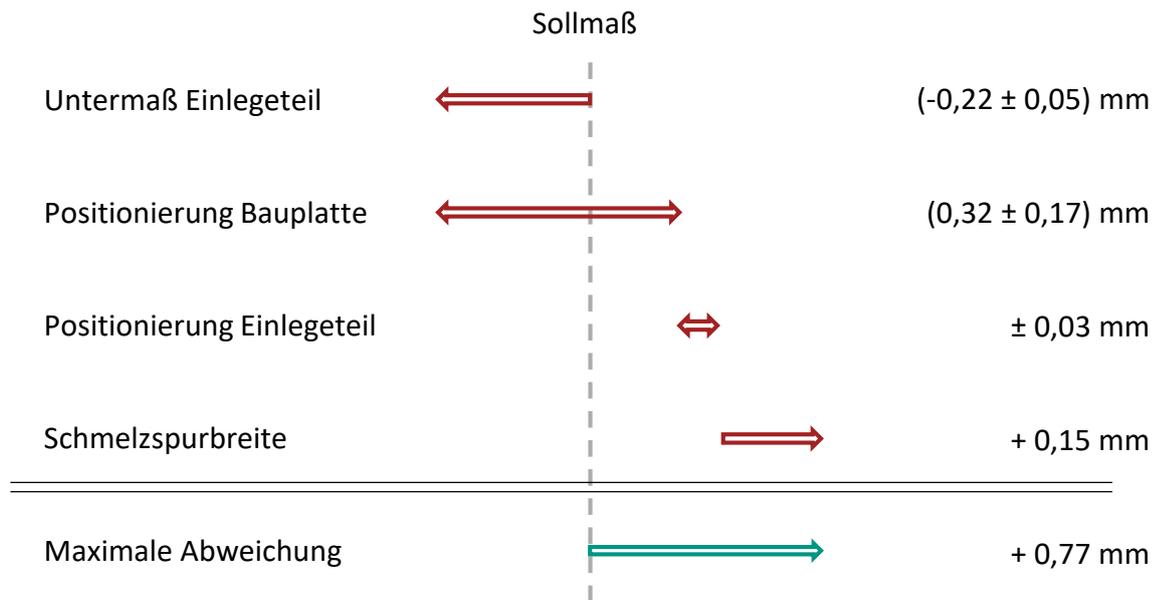


Abb. 8.10: Ergebnisse und schematische Illustration der Toleranzkette Einlegeteil-Bauplatte-PBF-LB/M-System.

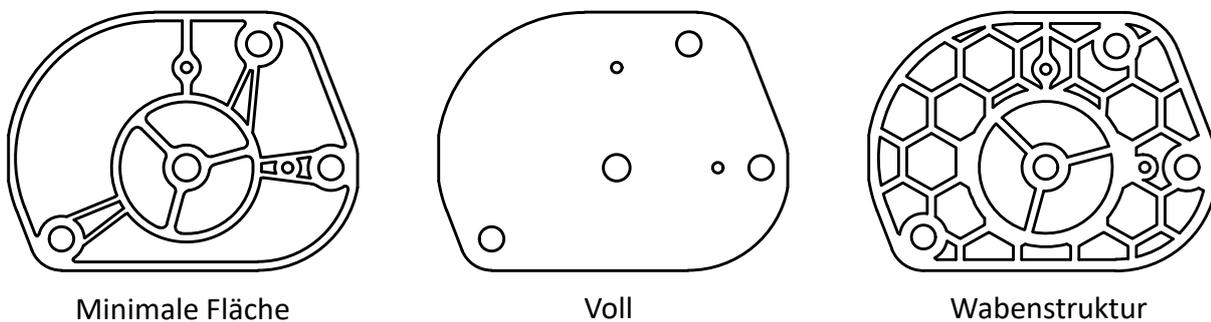


Abb. 8.11: Unterschiedliche Füllgrade der Einlegeteile zur Untersuchung der Steifigkeit gegenüber den thermisch induzierten Eigenspannungen beim Bauprozess.

Tab. 8.1: Mittlere Abweichung in z -Richtung nach Druck eines 10 mm hohen dünnwandigen Rahmens auf ein lasergeschnittenes Teil mit den Konturen aus Abbildung 8.11.

Variante	$\Delta z / \text{mm}$
Voll	$0,13 \pm 0,09$
Minimale Fläche	$0,84 \pm 0,65$
Wabenstruktur	$0,17 \pm 0,15$

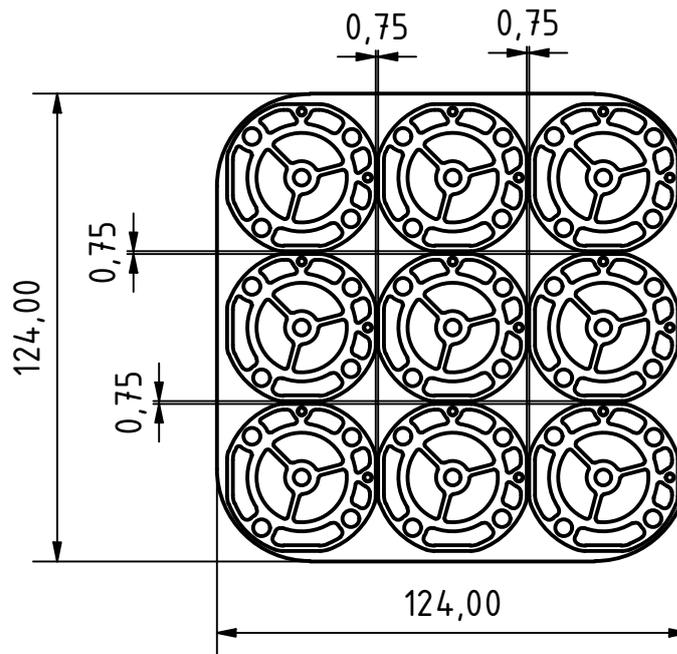


Abb. 8.12: Zeichnung der Bauplattform mit 9 lasergeschnittenen Einlegeteilen. Die Positionierung erfolgt über jeweils zwei 2-mm-Stiftpassungen.

Dichtigkeit der hybriden Verbindung

Es stellte sich nun die Frage, ob die hybriden Verbindungen gasdicht sind. Es zeigte sich, dass die Verbindungen ohne besondere Belichtungsparameter dicht waren. Bezüglich der dünnwandigen Wände bewährte sich ein Übergang von 0,5 mm im 60° Winkel auf die tatsächliche Wandstärke. Dies ermöglichte es, dass kleinere Defekte (wie z. B. Kratzer) im Einlegeteil ausgeglichen werden konnten.

8.2.6 Kontinuierliche Rektifikation mit Produktabzug

Die bisher vorgestellten Apparate eignen sich nur für den Betrieb bei totalem Rücklauf. Für die kontinuierliche Auftrennung eines Stoffgemisches und nicht nur zur Charakterisierung der Trennleistung der Rektifikationsapparatur, musste das Anschlusskonzept entsprechend angepasst werden. Das entwickelte Anschlusskonzept basiert auf dem Anlagenkonzept von Mardani et al.[95]. Hier wird der Sumpf bei konstanter Verdampferleistung betrieben und am Kopf ein konstantes Rücklaufverhältnis eingestellt. Das Sumpfprodukt wird über einen Überlauf abgezogen. Aufgrund der Verwendung eines externen Kondensators ist es sinnvoll den Rücklaufteiler außerhalb der Systemgrenzen zu platzieren und mit kommerziellen miniaturisierten Magnetventilen (Bürkert, Deutschland) als Zukaufteil zu realisieren. Dadurch sind keine Änderungen der Konstruktion des Kopfes notwendig. Im Sumpf ist ein Überlauf notwendig, der durch eine Öffnung in der gleichen Größe wie bei der ersten Generation der Apparatur, jedoch in höherer Position realisiert wurde. Sobald sich die Flüssigkeit im Sumpf sammelt, wird sie über diesen

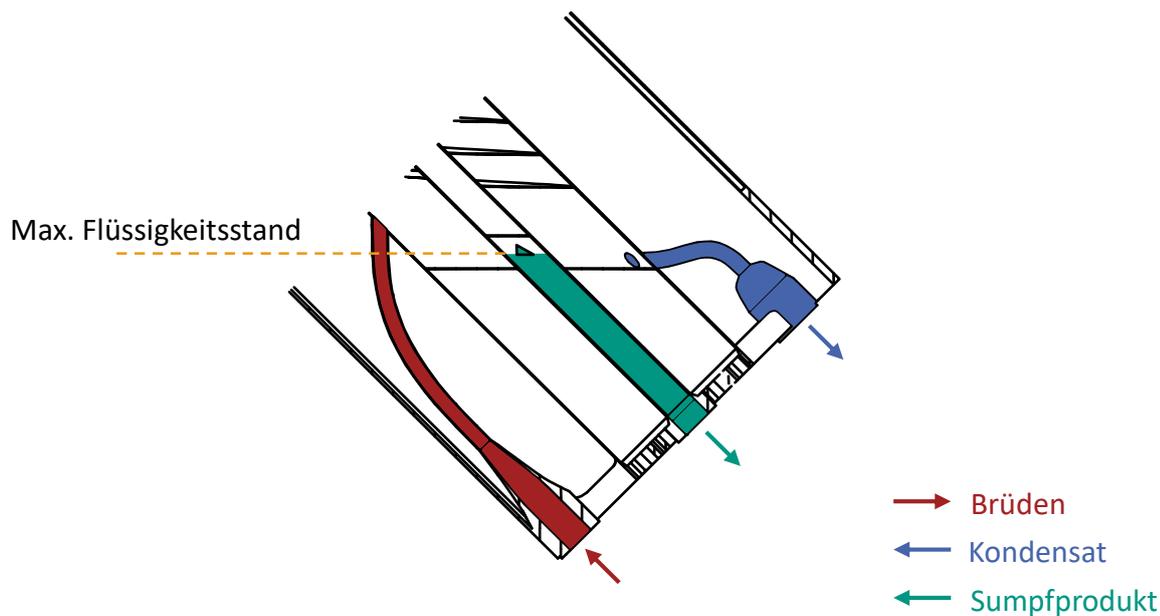


Abb. 8.13: Anschlusskonzept für die kontinuierliche Rektifikation mit Produktabzug. Sobald der Flüssigkeitsfüllstand die Öffnung im Zentralrohr erreicht, wird das Sumpfprodukt abgeführt. Um Austritt von Dampf zu vermeiden, muss in der Produktleitung ein Siphon vorgesehen werden.

Anschluss als Produkt abgeführt (vgl. auch Abbildung 8.13). Zudem wurde ein weiterer Anschluss für die Produktzufuhr ergänzt. Dieser kann über einen Parameter positioniert werden und kann so an beliebiger Stelle das Produkt zuführen.

8.3 Apparategestaltung für das BJT/M-Verfahren

Wie bereits in Abschnitt 6.2 beschrieben, weist das BJT/M-Verfahren im Vergleich zum PBF-LB/M-Verfahren andere Vor- und Nachteile auf, welche Anpassungen des Designs an das Verfahren notwendig machte. Einer der Vorteile besteht darin, dass überhängende Flächen als Grünkörper hergestellt werden können, was eine Verkippung der Schraubenlinie überflüssig macht. Jedoch stellt die vollständige Entpulverung des Grünkörpers eine Herausforderung dar. Daher wurde zur Erhöhung der Festigkeit der Grünkörper die Wandstärke im Vergleich zum PBF-LB/M-Verfahren auf 0,8 mm erhöht. Zudem wurden quadratische Öffnungen in den Spiralwindungen vorgesehen, da eine Entpulverung über die Anschlüsse wie bei den ersten zwei Anschluss-Generationen der PBF-LB/M-HeliDist-Einheit nicht möglich war. Vor dem Sintern wurden diese Öffnungen mit entsprechenden Kappen verschlossen. Diese Gestalt, die noch stark von PBF-LB/M-Verfahren beeinflusst war und in Abbildung 8.14 dargestellt ist, erwies sich jedoch als ungeeignet. Von insge-

samt acht gefertigten Grünkörpern war nur einer funktionsfähig. Fünf wurden während des Entpulverns beschädigt, wobei dies teilweise auf Risse zurückzuführen war, die bereits beim Aushärten des Binders entstanden waren. Zwei Grünkörper waren unvollständig entpulvert, wodurch die Anschlussleitungen nach dem Sintern verschlossen blieben.

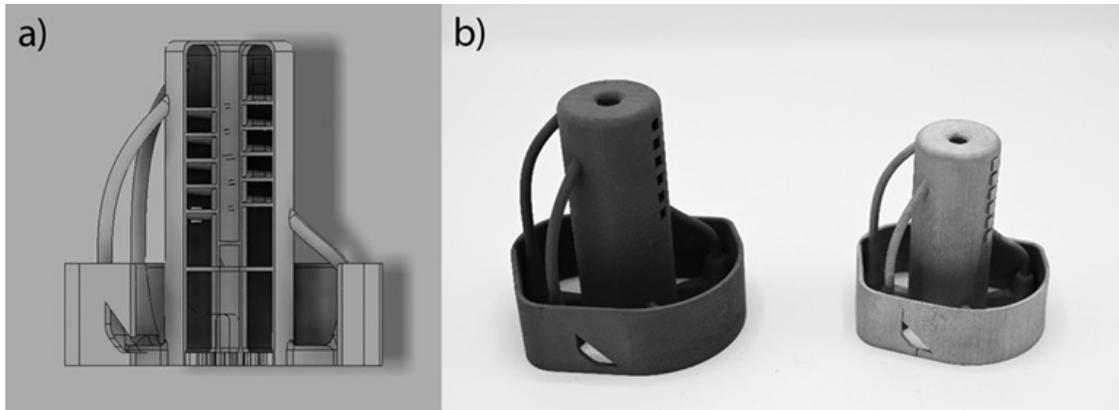


Abb. 8.14: (a) Schnittansicht des ersten BJT/M-Designs angelehnt an den Entwurf für das PBF-LB/M-Verfahren. Deutlich zu erkennen ist die größere Wandstärke aufgrund der Fragilität des Grünkörpers. Dagegen kann der spiralförmige Kanal ohne Verkippung gedruckt werden. (b) Vergleich des Grünkörpers (links) 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. Abbildung aus Grinschek et al. [4].

Aufgrund dieser Erkenntnisse wurde die Konstruktion umfassend überarbeitet, um die Entpulverung zu vereinfachen und das Risiko von Beschädigungen zu reduzieren (vgl. auch Abbildung 8.15). Ähnlich wie bei den PBF-LB/M-Apparaten der dritten Generation wurden die Apparate in separate Teile für den Kopf-, Mittel- und Sumpfbereich unterteilt. Aufgrund der höheren Freiheit bei der Gestaltung von überhängenden Flächen wurde ein Rundgewinde gemäß DIN 405 [217] als Verbindungselement gewählt, welches auch im Glasgerätebau verwendet wird. Bei Verarbeitung von Glas sind typischerweise höhere Toleranzen und Verzug als in der konventionellen Metallfertigung zu berücksichtigen. Aufgrund der durch den Sinterprozess bedingten größeren Formabweichungen eignen sich solche Gewinde daher auch für die Verbindung von Teilen, die mit dem BJT/M-Verfahren hergestellt wurden. Um die Entpulverung zu erleichtern, wurden die Fluidanschlüsse möglichst kurz und ohne Biegungen ausgeführt. Zusammen mit dem geteilten Aufbau konnte der Entpulverungsaufwand so deutlich auf etwa 30 min bis 45 min reduziert werden. Der untere Spannrahmen wurde radial symmetrisch ausgeführt, um einen Verzug der Teile durch ungleichmäßige Reibkräfte zu vermeiden. Beim ersten Sinterlauf, noch ohne Sinterunterstützungen, traten jedoch starke Verformungen im Bereich des Übergangs der Gewinde auf den zylindrischen Teil und dem Mittelrohr aufgrund des Eigengewichts auf (vgl. auch Abbildung F.1 und F.2 im Anhang). Um diese zu reduzieren, wurden mechanische Unterstüztungen für diese Stellen entworfen,

auf denen die Teile dann gesintert wurden. Dadurch konnte die Apparatur erfolgreich hergestellt werden, wie in Abbildung 8.16 dargestellt.

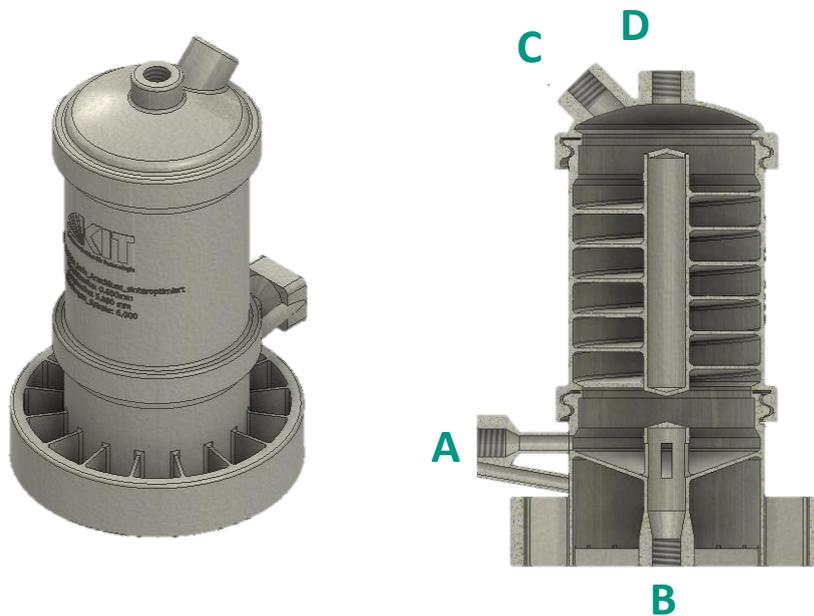


Abb. 8.15: Für das BJT/M-Verfahren optimiertes Design: Außenansicht (links) und Schnittdarstellung (rechts). Im Vergleich zum ersten Design wurde mit der modularen Bauweise über Schraubgewinde die Entpulverung merklich vereinfacht. Daneben wurde auf einen symmetrischen Aufbau geachtet, um einen gleichmäßigen Schrumpf beim Sintern zu erreichen. Abbildung aus Grinschek et al. adaptiert [4].



Abb. 8.16: Erfolgreich mit dem BJT/M-Verfahren hergestellte HeliDist-Einheit mit 6 Windungen und einer Ganghöhe von 5 mm im für das BJT/M-Verfahren optimierten Design.

8.4 Vergleich der beiden Verfahren

Mit beiden Verfahren konnten erfolgreich helikale Rektifikationsapparaturen hergestellt werden. Für die erfolgreiche Anwendung sind jedoch auch die Kosten und die Herstellungszeit von Bedeutung. Daher werden im Folgenden die beiden Verfahren hinsichtlich dieser beiden Aspekte detailliert verglichen.

8.4.1 Fertigungszeit

In Abbildung 8.17 ist die Fertigungsdauer für die Herstellung einer HeliDist-Einheit mit 12 Windungen und einer Ganghöhe von 5 mm für die 2. und 3. Anschlussgeneration mit dem PBF-LB/M-Verfahren dargestellt. Die Fertigungszeiten basieren auf den berechneten Werten der Herstellersoftware. Dies ermöglicht eine präzisere Einteilung der Fertigungszeit in Belichtungs- und Beschichtungszeit. Die simulierten Zeiten repräsentieren in guter Näherung die tatsächlichen Werte. Abweichungen können beispielsweise aufgrund der von der Beladung des Luftfilters mit Schmauchpartikeln abhängigen Spülzeiten der Baukammer mit Inertgasen auftreten.

Die Fertigung einer Einheit der 2. Generation mit zwölf Windungen benötigt etwa 30 h, während die Fertigung einer dreiteiligen hybriden Einheit mit der gleichen Windungszahl nur etwa 16 Stunden in Anspruch nimmt. Es ist zu beachten, dass diese Zeiten sich auf die Fertigung nur einer einzigen Einheit mit dem PBF-LB/M-Systems pro Bauprozess basiert. Die Beschichtungszeit (grün-schwarz schraffiert in Abbildung 8.17), also die

Zeit zum Aufbringen einer neuen Pulverschicht, beträgt durchschnittlich 16 s, während die Laserbelichtung (grün in Abbildung 8.17) lediglich wenige Sekunden in Anspruch nimmt. Durch die Platzierung mehrerer Einheiten auf einer Bauplattform zu einem einzigen Fertigungsauftrag würde daher die Maschinenzeit bezogen auf das gefertigte Teil verringert. Insbesondere wenn die Kopf- und Sumpfanschlussmodule bereits vorhanden sind, kann eine Reduktion der Fertigungszeit um mehr als 50% erreicht werden, da wie in Abbildung 8.17 dargestellt die Belichtungszeit nur einen geringen Anteil der Fertigungszeit bei den Mittelteilen darstellt. Dies verdeutlicht den Zeitgewinn, der durch die hybride Bauweise erreicht wird.

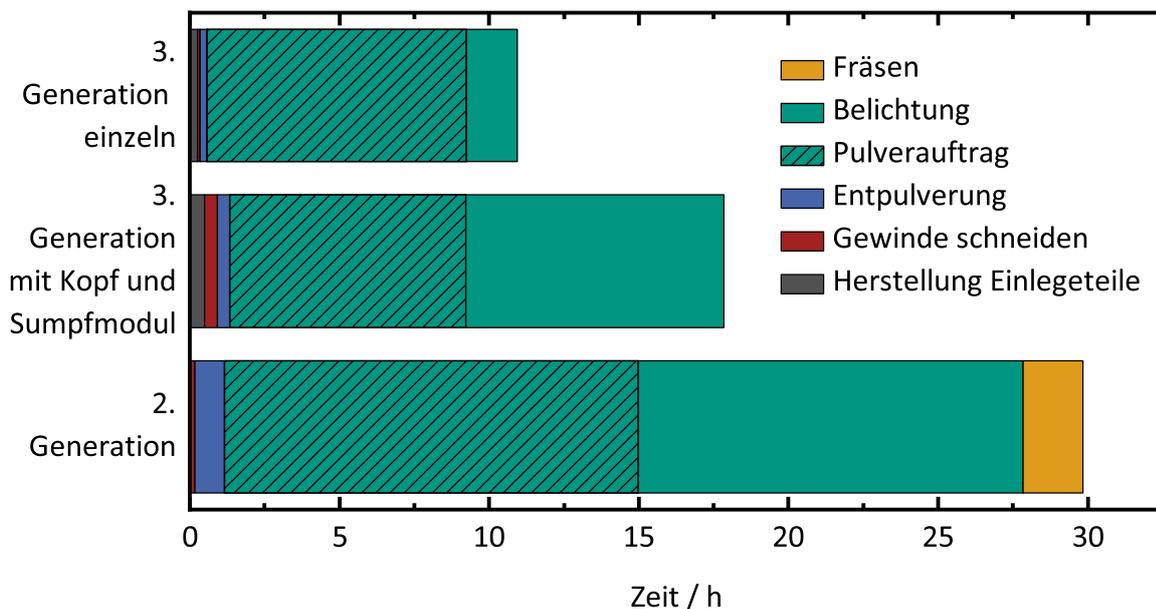


Abb. 8.17: Vergleich der Fertigungszeit für eine HeliDist-Einheit mit 12 Windungen und einer Ganghöhe von 5 mm. Bei der Berechnung der Fertigungszeiten wurde immer von einer Apparatur pro Bauprozess ausgegangen. In grün schraffiert ist die Beschichtungszeit, d. h. die Zeit für das Aufbringen einer neuen Pulverschicht durch den Rakel, dargestellt.

Diese Fertigungszeiten demonstrieren eindrücklich das enorme Potenzial des PBF-LB/M-Verfahrens für die Herstellung von mikrostrukturierten Apparaten. Im Hinblick auf den Designzyklus aus Kapitel 1 kann die Fertigungsdauer der Apparate nahezu vernachlässigt werden. Zum Beispiel könnten die CAD-Dateien am Freitagabend erstellt und die Teile dann über das Wochenende gefertigt werden. Eine experimentelle Charakterisierung der HeliDist-Einheiten ist somit ab Mittwoch möglich (vgl. auch Abbildung 8.18). Bisherige Arbeiten zu konventionellen mikrostrukturierten Apparaten waren meist auf wenige geometrische Variationen aufgrund der Fertigungszeit limitiert. Im Rahmen dieser Arbeit wurden nun über 50 verschiedene Apparaturen untersucht, wie Abbildung 9.2 im nächsten Kapitel eindrücklich zeigt. Durch die gestalterische Anpassung für die Fertigung eröffnen sich neue agile Forschungsansätze, und die Geometrie wird

zu einem (leicht) untersuchbaren Faktor. In Zukunft könnten so auch experimentelle Optimierungsalgorithmen angewendet werden.

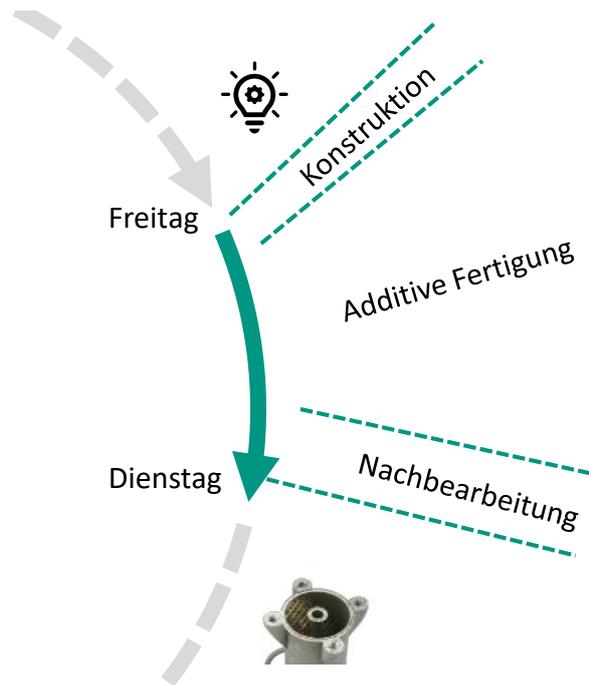


Abb. 8.18: Darstellung des Fertigungszykluses.

Für das BJT/M-Verfahren sind in der Tabelle 8.2 die durchschnittlichen Fertigungszeiten für ein Los bestehend aus 6 Mittelteilen mit je 6 Windungen und 6 zugehörigen Anschlussmodulen für Sumpf und Kopf dargestellt. Da die Druckzeiten des Grünkörpers lediglich von der Bauhöhe und nicht von den weiteren Dimensionen des Bauteils abhängen, sind die Fertigungszeiten mit dem BJT/M-System unabhängig von der Anzahl der hergestellten Apparate pro Los. Die Druckzeit beträgt mit dem verwendeten System etwa 24 h für die HeliDist-Einheiten. Die Aushärte- und Sinterzeiten sind prinzipiell durch größere Bauräume der verwendeten Öfen für größere Losgrößen skalierbar [162, 163]. Die Dauer der Entpulverung hängt dagegen von der Anzahl der Bauteile und dem Erfahrungsstand des Bedieners ab. Diese Zeit nimmt aufgrund des verringerten Fließvermögens des Pulvers bei größeren Packungsdichten zusätzlich zu (vgl. auch Kapitel 6). Mit dem Aushärteschritt von 24 h und dem Sinterprozess mit einer Dauer von 36 h ergab sich eine typische Gesamtzykluszeit von ca. 4 bis 5 Arbeitstagen für ein Los von 6 Apparaten.

8.4.2 Fertigungskosten

Die Fertigungskosten sind neben der Fertigungszeit ein wichtiger Faktor für den Einsatz einer Technologie und eng mit diesen verbunden. Um einen Vergleich zwischen den verschiedenen (Anschluss-)Varianten und Herstellverfahren durchzuführen, wurden Kostenrechnungen durchgeführt und in Tabelle 8.3 für das PBF-LB/M-Verfahren und

Tab. 8.2: Typische Fertigungszeit der HeliDist-Einheit mit dem BJT/M-Verfahren. Die Zeiten beziehen sich auf 6 Mittelmodule mit zugehörigen Anschlussmodulen für Sumpf und Kopf.

Arbeitsschritt	Ungefähre Dauer / h
Druckvorbereitung	0,5 + 0,5 h (Rechenzeit)
Druck	24
Härten	24
Entpulvern	3-6
Entbindern und Sintern	36
Mechanische Nachbearbeitung	1,5

8.4 für das BJT/M-Verfahren dargestellt. Dabei wurden folgende Annahmen getroffen: Die Maschinenlaufzeit bei beiden verwendeten Systemen (PBF-LB/M-Verfahren und BJT/M-Verfahren) beträgt 290 Tage pro Jahr bei einer durchschnittlichen Auslastung von 85 %. Dies entspricht einer 6-Tage-Woche mit einer jährlichen Stillstandszeit von 3 Wochen für Wartung und Betriebsferien sowie einer Rüstzeit von etwa 3 h pro Tag. Die Maschinenstunden wurden nach den internen Verfahren und Kostensätzen des Karlsruher Institut für Technologie (KIT) berechnet. Die Lohnkosten für Vor- und Nachbearbeitung der Apparate wurden auf Basis der Sätze für Mitarbeitende des mittleren öffentlichen Dienstes ermittelt [218].

Tab. 8.3: Kostenrechnung für die Fertigung der HeliDist-Einheiten mit dem PBF-LB/M-Verfahren.

Typ	2. Generation	3. Generation
Anzahl Einheiten	4	9 (Mitte)
Maschinenstunden*	598 €	598 €
Einlegeteile	-	32 €
Pulver	47 €	44 €
Druckvorbereitung	56 €	56 €
Entpulverung und Gewindeschneiden	196 €	84 €
Summe	1.165 €	1.059 €
Kosten pro Einheit	291 €	118 €

*Abschreibung, Wartung, Raum, Software, Betriebsmittel etc.

Die Kostenrechnung für das PBF-LB/M-Verfahren in Tabelle 8.3 macht deutlich, wie durch die hybride Bauweise die Fertigungskosten signifikant reduziert werden können. So liegen die Fertigungskosten für ein Los mit 4 Einheiten der 2. Generation (1165€) mit 12 Windungen über dem der Fertigung von 9 hybrid gefertigten (Mittel-)Modulen mit jeweils 20 Windungen(1059€). Die Kostensenkung ist insbesondere auf den Wegfall der Fertigung des Stützrahmens und der besseren Ausnutzung des Bauraums zurück-

zuführen. Hierdurch können in einem Schritt nicht nur 4 Module, sondern 9 Module gefertigt werden. Die Fertigungskosten von 118 € für ein 18 cm hohes Modul sind damit in der Größenordnung konventioneller Laborpackungen. Durch den Einsatz größerer PBF-LB/M-Systeme können die Kosten weiter reduziert werden. Eine Vergrößerung des Bauraums ermöglicht eine signifikante Steigerung der Produktivität durch mehr Teile pro Fertigungszyklus, da wie im vorherigen Abschnitt erörtert, die Beschichtungszeit für einen signifikanten Anteil der Prozesszeit verantwortlich ist. Zusätzlich ist es denkbar, die Entpulverkosten durch Automatisierung zu optimieren.

Im Vergleich zum PBF-LB/M-Verfahren sind die Kosten beim BJT/M-Verfahren höher. Der größere manuelle Aufwand insbesondere bei der Entpulverung der fragilen Grünkörper wirkt sich hier negativ aus. Die manuelle Nachbearbeitung stellt mit 640 € bzw. über 40 % den größten Anteil an den Fertigungskosten dar. Zusätzlich sind die Abschreibungen für das System höher als für das PBF-LB/M-System und trotz der schnelleren Aufbauraten und Fertigungszeit für den Grünkörper stellen die Maschinenstundenkosten mit 534€ ähnlich hohe Kosten, wie beim PBF-LB/M-Verfahren von 598€ dar. Zusätzlich fallen im Vergleich zum PBF-LB/M-Verfahren noch die Kosten des Sinterprozesses von etwa 190 € pro Sinterlauf zusätzlich an. Das relativ kleine nutzbare Volumen des Ofens von etwa 6 L trägt hier insbesondere zu höheren Kosten bezogen auf das einzelne Teil bei. Bei einer größeren Losgröße besteht jedoch die Möglichkeit, Kosten durch Skalierung zu reduzieren.

Tab. 8.4: Kostenrechnung für die Fertigungskosten mit dem BJT/M-Verfahren für die Herstellung von sechs Modulen mit jeweils sechs Windungen und einer Kanalhöhe von 5 mm.

Arbeitsschritt	
Maschinenstunden*	534 €
Binder (inklusive Druckköpfe) und Pulver	120 €
Druckvorbereitung	76 €
Entpulverung und Gewindeschneiden	640 €
Härte- und Sinterprozess	190€
	1.560 €
Kosten pro Einheit	260 €

*Abschreibung, Wartung, Raum, Software, Betriebsmittel etc.

8.4.3 Fazit

Die Analyse zeigt, dass das PBF-LB/M-Verfahren sowohl hinsichtlich der Fertigungszeit als auch der Fertigungskosten als präferierte Option für die Herstellung der HeliDist-Einheiten hervorgeht. Das kosten- und zeitintensive manuelle Entpulvern stellt für das BJT/M-Verfahren die entscheidende Hürde dar. Beim derzeitigen Stand der Technik

ist die BJT/M-Technologie primär für Bauteile ohne innenliegende Kanäle geeignet. Potentiale für die Herstellung größerer Kleinserien von HeliDist-Einheiten mit dem BJT/M-Verfahren würden sich erst durch mögliche zukünftige Lösungen für stabilere Grünkörper und/oder zur automatisierten Entpulverung von Grünkörpern eröffnen.

Im Kontrast dazu ermöglicht das PBF-LB/M-Verfahren durch die Anwendung einer hybriden Fertigungsmethode eine zügige Herstellung verschiedener Apparate und Varianten, auch in Kleinserien.

Kurzzusammenfassung des Kapitels

In diesem Kapitel wurde die detaillierte Konstruktion 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 und des Fertigungsaufwandes näher erläutert. Die Entwürfe zeigen dabei den Einfluss, den das gewählte additive Fertigungsverfahren auf die Gestalt hat. Beim PBF-LB/M-Verfahren gilt es, die innenliegenden Kanäle so zu gestalten, dass sie ohne Stützstrukturen auskommen. Dies wurde durch die Verkippung der helikalen Kanäle um 45° erreicht. Durch die Kombination mit Laser-geschnittenen Basisteilen auf die mittels des PBF-LB/M-Verfahren aufgebaut wird, konnte die Fertigungszeit deutlich reduziert werden. Demgegenüber ist beim BJT/M-Verfahren auf eine leichte Entpulverung der fragilen Grünkörper insbesondere der innenliegenden Kanälen zu achten. Daher wurde bei diesem Verfahren der Apparat in kleinere Module aufgeteilt, die über Schraubverbindungen miteinander verbunden wurden. Eine weitere Herausforderung für die Formgebung der Apparate stellte der Sinterprozess dar, bei dem es zu einer deutlichen Schwindung und Verformung durch das Eigengewicht kam. Aus diesem Grund wurden zusätzliche Stützkonstruktionen für die überhängenden Bereiche während des Sinterprozesses erforderlich.

Ein Vergleich der Fertigungszeiten und -kosten zeigt, dass das PBF-LB/M-Verfahren für die untersuchte Anwendung in beiden Aspekten deutlich effizienter ist. Mit dem PBF-LB/M-Verfahren werden Design-Fertigung-Test-Zyklen von unter 72 Stunden möglich. Mit Herstellkosten von etwa 120€ pro Modul zeigt sich das Potenzial zur konkurrenzfähigen Fertigung von mikrostrukturierten Rektifikationsapparaturen bzw. mikroverfahrenstechnischen Apparaten im Allgemeinen.

Methoden der verfahrenstechnischen Charakterisierung

In diesem Kapitel werden die Methoden der verfahrenstechnischen Charakterisierung der entwickelten HeliDist-Apparate beschrieben. Zunächst wird der Aufbau des fluidverfahrenstechnischen Versuchsstandes erläutert. Zudem wird auf die vorbereitenden Arbeitsschritte aus Reinigung, Leckageprüfung, Isolation und Montage vor dem Einsatz der HeliDist-Einheiten eingegangen. Darauffolgend werden die Methoden und Definitionen der Versuche vorgestellt. Dieses Kapitel basiert in Teilen auf den Ergebnissen der studentischen Arbeiten von P. Kohlstrung, S. Dübal, C. Chiu, J. Betz, V. Kernebeck, A. Reuter und den Veröffentlichungen des Autors [4, 5].

9.1 Versuchsstand zur Charakterisierung

Ziel des Prüfstandes war es die Apparate hinsichtlich ihrer Trennleistung experimentell zu charakterisieren. Der Versuchsstand folgte dem Anlagenkonzept für Teststände von Mikrodestillationsapparaten von Sundberg et al. [77]. Wie schon in Kapitel 5 beschrieben, lagen der Kondensator und der Verdampfer außerhalb der Systemgrenzen des Apparates. Dieses Konzept zeichnet sich dadurch aus, dass die Ströme am Kopf und Sumpf gemessen werden können. Abbildung 9.1 zeigt das Flussdiagramm des Rektifikationsteststandes.

Eine wichtige Anforderung aus Kapitel 5 ist es, einen schnellen Wechsel zwischen verschiedenen Apparaten zu ermöglichen. Die HeliDist-Einheiten wurden daher über flexible, isolierte PTFE-Schläuche verbunden, die einen schnellen und einfachen Einbau von Apparaten mit unterschiedlichen Neigungen, Längen und Anschlusspositionen ermöglichen. Über die Mikrozahnringpumpe (HNP Mikrosysteme, BRD) P001 wurde das am Sumpf der Kolonne austretende Kondensat in einen mikrostrukturierten Verdampfer W001 (IMVT, BRD) gefördert. Der Betriebspunkt des Verdampfers wurde so gewählt, dass der Dampf mindestens 10 K überhitzt austritt. Durch begleitbeheizte Schläuche und Rohre wurde sichergestellt, dass der Dampf in den Schläuchen und Rohren nicht kondensiert.

Der in den nicht isolierten Rohren vor der Pumpe abgegebene Wärmestrom an die Umgebung war ausreichend hoch, um bei den untersuchten Strömen eine Kühlung auf $< 60^\circ\text{C}$ (maximal zulässige Temperatur der Coriolis-Durchflusssensoren) zu erreichen. Coriolis-Durchflusssensoren (Bronkhorst, USA) erlaubten die Messung der Dichte und des Massenstroms vor dem Verdampfer. Die Flüssigkeitshöhe des Kondensats vor der

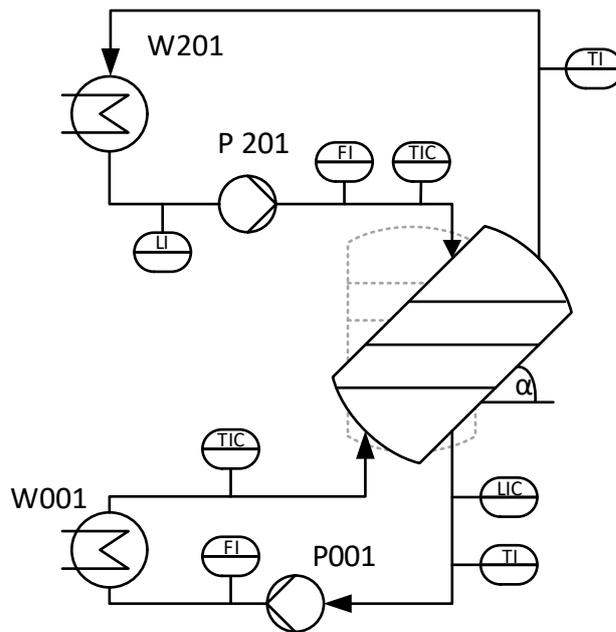


Abb. 9.1: Fließbild der Testanlage zur Charakterisierung von Rektifikationsapparaturen bei verschiedenen Neigungswinkeln α bei totalem Rückfluss.

Pumpe P001 wurde mit einem Differenzdrucksensor hydrostatisch gemessen (VIGA, BRD).

Der austretende Dampf am Kopf der Kolonne wurde in einem Spiralkühler W201 (Lenz, BRD) aus Glas kondensiert. Dem Spiralkühler war ein kleiner Sammelbehälter mit einer Öffnung nachgeschaltet, der es ermöglicht das System zu befüllen. Auch hier konnte der Füllstand hydrostatisch über einen Differenzdrucksensor (VIGA, BRD) bestimmt werden. Zudem wurde an dieser Stelle durch eine Edelstahl-Kapillare ein Druckausgleich zur Umgebung gewährleistet. Das Kondensat wurde mittels einer Mikrozahnringspumpe (HNP Mikrosysteme, BRD) in einen mikrostrukturierten Wärmetauscher (IMVT, BRD) gefördert, in welchem es temperiert werden konnte.

Die Steuerung und Regelung der Anlage erfolgte über ein Laborleitsystem (Hitec-Zang, BRD).

9.2 Untersuchte Apparate

Insgesamt wurden mehr als 50 verschiedene HeliDist-Einheiten gefertigt und experimentell charakterisiert. In Abbildung 9.2 ist ein Großteil hiervon gezeigt. Dieses Bild verdeutlicht eindrucksvoll die Potenziale der AM für die effiziente und schnelle Fertigung von mikrostrukturierten Rektifikationsapparaturen.



Abb. 9.2: Auswahl der hergestellten HeliDist-Einheiten. Teilweise mit Temperatursensoren und Isolation. Metrischer Sechskantschlüsselsatz als Größenvergleich. Foto: Amadeus Bramsiepe, KIT.

Die Herstellung und die Funktionsweise wurden bereits detailliert, insbesondere in den Kapiteln 5 und 8, beschrieben. An dieser Stelle wird daher ausschließlich auf die untersuchten Modell-Parameter und deren Bereiche eingegangen. Aufgrund der deutlich effizienteren Fertigung wurden hauptsächlich die PBF-LB/M-HeliDist-Einheiten untersucht (vgl. auch 8.4.1). Es wurden Apparate mit unterschiedlichen Kanalhöhen, wie auch Windungszahlen und die Einbauten aus Abschnitt 8.2.2 verwendet. Die Versuchsreihen sind in Tabelle 9.1 zusammengefasst. Aufgrund von Ergebnissen hinsichtlich der Winkelabhängigkeit wurde die Positionierung der Apparate im Laufe der Untersuchung verbessert (vgl. auch Kapitel 8). Von den mit dem BJT/M-Verfahren hergestellten Apparaten wurden ausschließlich einzelne HeliDist-Einheiten der ersten Generation für die Untersuchungen verwendet.

Tab. 9.1: Untersuchte HeliDist-Einheiten mit zugehörigem Versuchsziel. Die Anschlussgenerationen und Einbauten werden detailliert in Kapitel 8 dargelegt.

Versuchsziel	Anschlussstyp	Kanalhöhe / mm	Anzahl Gänge / -	Einbauten	optimierte Ausrichtung
Festlegung Kanalhöhe	1. Generation, BJT/M	3-8	3-4	Nein	Nein (~0°)
Kopplung	2. Generation / 3. Generation	5	4-12	Nein	Nein (~0°)
Winkelabhängigkeit	2. Generation / 3. Generation	4 und 5	4-12	Nein	Ja (-15° bis 15°)
Durchmischungselemente	2. Generation	4 und 5	4-12	Durchmischungselemente	Teilweise (0° und 5°)
Höhe Gitterstrukturen	2. Generation (unten)	5	12	Einseitig unten 0,25, 0,75, 1,25	Ja (0° und 5°)
Position Gitterstruktur	3. Generation	5	12 (4+4+4) und 20 (4+12+4)	allseitig 0,625 mm	Nein

9.3 Vorbereitung der HeliDist-Einheiten

9.3.1 Entpulverung und Reinigung

Wie bereits bei der Konstruktion in Kapitel 8 erwähnt, muss nach der Fertigung mit dem PBF-LB/M-Verfahren unverarbeitetes Pulver aus den HeliDist-Einheiten entfernt werden. Daher wurden nach der manuellen Entpulverung in einer Glovebox mit Druckluft die Apparate anschließend noch intensiv mit Isopropanol durchgespült. Hierbei wurde eine speziell dafür aufgebaute Anlage verwendet, bei der Isopropanol aus einem Vorratsbehälter, der gleichzeitig als Schwerkraftabscheider für das Pulver diente, im Kreis gefördert wurde. Es wurden jeweils abwechselnd zwei der vier Anschlüsse verschlossen, um das Isopropanol durch den kompletten Apparat zu führen. Die Apparate wurden währenddessen durch Schütteln und Rotieren bewegt, bis visuell kein Pulverausstrag beobachtet wurde. Abschließend wurden die Apparate mit deionisiertem Wasser gereinigt und in einem Trockenschrank getrocknet.

9.3.2 Leckageidentifikation und -verschluss

Wie im Abschnitt 7 beschrieben, können bei der Herstellung dünner Wände Defektstellen auftreten. Die Apparate wurden mit dem Tauchüberdruckverfahren (vgl. auch 7.2.5) geprüft. Etwaige Defekte wurden markiert und die Apparate anschließend getrocknet. Die Leckagestellen der Apparate wurden mit einem Zweikomponenten-Epoxydharz (Uhu Plus Sofortfest, UHU GmbH, BRD), das nominell bis 100 °C temperaturstabil und beständig gegen die untersuchten Lösemittel ist, versiegelt. Da die mechanische Festigkeit für die Versiegelung nur eine untergeordnete Rolle spielte, zeigte es sich auch noch bei 126 °C (Siedepunkt n-Oktan) beständig. Dieser Vorgang wurde gegebenenfalls mehrmals wiederholt, um mögliche weitere Undichtigkeiten zu identifizieren.

9.3.3 Lokale Temperaturmessstellen

Zur genaueren Temperaturmessung wurden an einzelnen Apparaten miniaturisierte PT100-Temperatursensoren (Heraeus, BRD) mittels Wärmeleitkleber (HERNON 746, ALUTRONIC Kühlkörper GmbH, BRD) angebracht. Aufgrund der geringen Wandstärken der Apparate und der geringen Abmaße der Sensoren ($< 2,5 \text{ mm} \times 2,5 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$) erlaubt dies eine genaue örtliche Messung mit einer typischen Abweichung von $< 0,5 \text{ K}$ bei Referenzmessungen mit siedenden Reinstoffen (vgl. auch Abschnitt 9.4.5). Aufgrund der sehr geringen Durchmesser der Anschlussdrähte der Sensoren von nur 0,1 mm, ist eine Zugentlastung entscheidend, diese wurde durch eine Fixierung der Sensorleitung durch Zweikomponenten-Epoxydharz (Uhu Plus Sofortfest, UHU GmbH, BRD) am Rahmen erzielt (vgl. auch Abbildung 9.3).

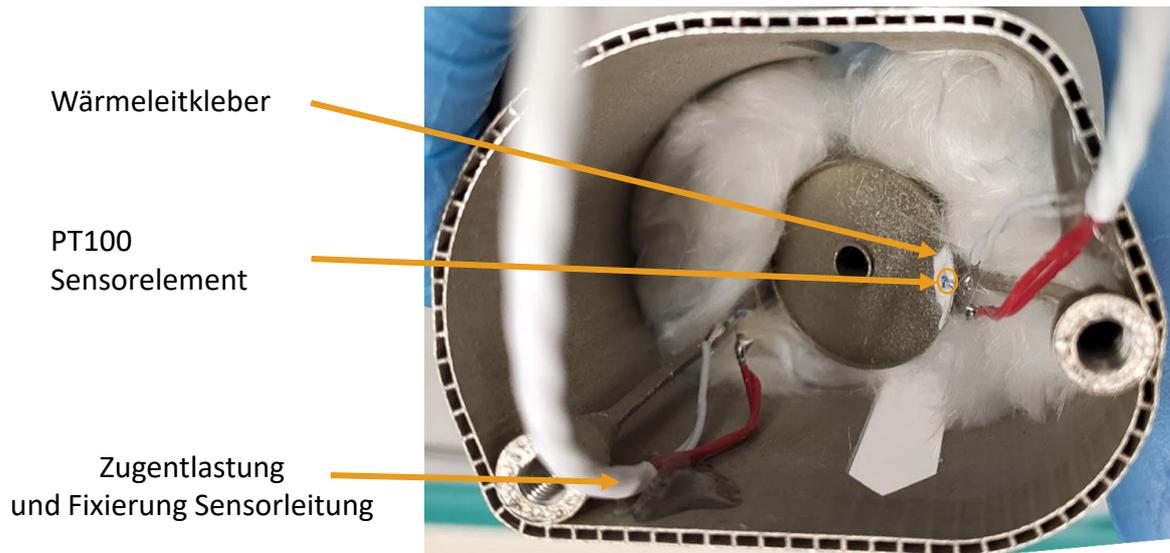


Abb. 9.3: Beispielhafte Darstellung von zwei angebrachten miniaturisierten PT100-Temperatur-sensoren am Brüdenauslass und am Kondensateinlass einer HeliDist-Einheiten der zweiten Anschlussgeneration.

9.3.4 Isolation

Um Wärmeverluste an die Umgebung zu minimieren, wurden die Apparate isoliert. Dazu wurden drei verschiedene Dämmstoffe mit unterschiedlichen Wärmeleitfähigkeiten und Eigenschaften verwendet und miteinander verglichen. Die drei verwendeten Dämmstoffe waren Glaswolle, Aerogel-beschichtete Fasern und Aerogelbruchstücke. Wie in Tabelle 9.2 dargestellt, haben die Aerogel-Isolationsmaterialien im Vergleich zur Glaswolle eine deutlich geringere Wärmeleitfähigkeit. Um den gesamten Apparat herum wurde jeweils eine Lage der Glasfasermatten oder Aerogel-Isolationsmatten mit einer Stärke von 2 cm angebracht. Bei einigen HeliDist-Einheiten wurde außerdem ein elektrisches Heizband (Horst GmbH, BRD) mit einem Wicklungsabstand von etwa 3 cm zwischen der äußeren Isolierung und dem Apparat eingefügt, um den Temperaturgradienten zu reduzieren. Die Temperatur wurde über einen PT100-Sensor (Conatex, BRD) im Rahmen der Einheiten gemessen.

Tab. 9.2: Bezeichnung, Hersteller und Wärmeleitfähigkeit der verwendeten Isoliermaterialien.

Bezeichnung	Hersteller	Wärmeleitfähigkeit bei 25 °C / W m ⁻¹ K
Glasfasermatte	Horst GmbH (BRD)	0,033 [219, 220]
Pyrogel XTE	Aspen Aerogel (USA)	0,021 [221]
Kwark Granules	Enersens (Frankreich)	0,018 bis 0,022 [222]

9.3.5 Montage

Zu Beginn der Untersuchung wurde die Ausrichtung der HeliDist-Einheiten visuell mit Hilfe der Positionierungslinien vorgenommen. Durch die verbesserte Halterung konnte die Positionierung später jedoch genauer vorgenommen werden. Der Winkel wurde daraufhin mit Hilfe eines digitalen Winkelmessgeräts (DL134, Toolcraft, BRD) bestimmt. Durch die steife Fixierung und Anschlagpunkte für das Winkelmessgerät ist es damit möglich während des Betriebs den Winkel der Apparate zu variieren. Typischerweise war die Wiederholgenauigkeit besser als 1° .

9.4 Methoden

Als Testsystem für die experimentelle Charakterisierung wurde ein Cyclohexan/n-Heptan-Gemisch verwendet – als typisches Testsystem in der Fluidverfahrenstechnik für Kohlenwasserstoffe. Im Vergleich zum häufig verwendeten h-Hexan weist n-Heptan eine geringere Toxizität [223, 224] auf und wurde daher gemäß dem Substitutionsprinzip [225] eingesetzt.

9.4.1 Rektifikation bei totalem Rücklauf

Die Anlage wurde mit einer äquimolaren Mischung befüllt und anschließend in Betrieb genommen. Der Füllstand wurde derart reguliert, dass er sich knapp unterhalb der Anschlüsse in der Schlauchleitung befand, um eine hinreichende Veränderung des Füllstandes zu erzielen und dadurch eine zügige Regelung zu ermöglichen. Aufgrund der Transparenz der PTFE-Schläuche kann der Füllstand zusätzlich durch kurzzeitiges Entfernen der Isolierung optisch geprüft werden. Der Füllstand wurde über die Förderleistung der Pumpe für das Kondensat am Kopf der Kolonne geregelt. Im totalen Rücklauf wurde der Sumpffüllstand geregelt. Die Anlage wurde solange bei einem konstantem Massenstrom des Verdampfers betrieben bis die Dichte über mindesten 30 Minuten konstant war. Anschließend wurden am Kopf und am Sumpf jeweils 1 mL Proben entnommen und über eine Spritze aufgeteilt und per Gaschromatographie analysiert (vgl. auch Anhang D). Die entnommene Menge wurde entsprechend ersetzt. Aus den Zusammensetzungen wurde mittels Gleichung 2.7 die Anzahl der theoretischen Trennstufen bestimmt. Wenn nicht anders angegeben bezieht sich der HETP-Wert dabei auf die vertikale Höhe der Windung. Folglich wird der F -Faktor auf die Querschnittsfläche des Zylinders bezogen. Für die Versuche mit dem System Wasser-Methanol wurde analog vorgegangen, wobei zur Analyse der Zusammensetzung ein Infrarotspektrometer (Perkin Elmer, USA) mit Mehrpunktkalibrierung verwendet wurde.

9.4.2 Rektifikation mit Produktabzug

Die Inbetriebnahme erfolgte identisch zu den Versuchen mit totalem Rücklauf. Anschließend wurde das äquimolare Testgemisch aus einem mit Stickstoff drucküberlagertem Tank mittels eines Massendurchflussreglers (Bronkhorst, USA) über den Anschluss zugeführt. Mit Hilfe eines elektrisch gesteuerten 3-Wege-Ventils (Bürkert, BRD) wurde ein konstanter Anteil des Kondensatstroms am Kopf als Produkt entnommen. Das Sumpfprodukt wurde über den Überlauf am Sumpf der Kolonne abgeführt (vgl. hierzu auch 8.2.6). Das Anlagenfließbild ist in Anhang I dargestellt. Nachdem ein stationärer Zustand erreicht war, wurden über die Dauer von 30 Minuten Proben der Produkte gesammelt, gewogen und gaschromatographisch analysiert.

9.4.3 Statischer Flüssigkeitsinhalt

Zur Bestimmung des statischen Flüssigkeitsinhalts wurden verschiedene HeliDist-Einheiten im trockenen Zustand gewogen. Anschließend wurden sie vollständig mit Cyclohexan gefüllt, um eine vollständige Benetzung des gesamten Apparates sicherzustellen. Daraufhin wurden die Einheiten im 45°-Winkel entleert und die Masse erneut bestimmt. Das Verfahren wurde dreimal wiederholt und anschließend der Mittelwert gebildet.

9.4.4 Bestimmung der Änderung des Flüssigkeitsinhalts im Betrieb

Basierend auf den Rektifikationsversuchen bei totalem Rücklauf wurde die Abhängigkeit des Flüssigkeitsinhalts vom Montagewinkel im „heißen Zustand“ untersucht. Hierfür wurde reines Cyclohexan verwendet, um eine Änderung der Dichte aufgrund unterschiedlicher Zusammensetzungen aufgrund der Trennleistungsunterschiede zu vermeiden. Bei einem konstanten Verdampfermassenstrom und nach Erreichen eines konstanten Flüssigkeitsstandes wurde der Winkel verändert und dann wiederum auf den Ausgangszustand eingeregelt, wodurch der Flüssigkeitsstand nach dem Kondensator am Kopf erhöht bzw. verringert wurde. Diese Menge wurde dann mit einer gewogenen Spritze entnommen bzw. nachgefüllt. Um kleine Leckströme rechnerisch zu kompensieren, wurde der Referenzpunkt (150 g h⁻¹ Cyclohexan) wiederholt gemessen. Mit der Zeit Δt zwischen den Messungen und dem Massenunterschied Δm wird eine Verlustrate

$$\dot{m}_L = \frac{\Delta m}{\Delta t} \quad (9.1)$$

berechnet. Dieser Ansatz ermöglicht es, über die Dauer des Versuches Verluste durch Verdampfung und andere Faktoren zu berücksichtigen.

Eine direkte Messung der Änderung des Betriebsinhalts der HeliDist-Einheiten relativ zum Betriebspunkt 0 g h^{-1} ist nicht möglich. Die thermische Trägheit des Verdampfers führt dazu, dass beim Abschalten noch eine undefinierte Menge an flüssigem Cyclohexan im Verdampfer verdampft wird. Diese Menge überwiegt den Flüssigkeitsinhalt der untersuchten HeliDist-Einheiten deutlich.

9.4.5 Bestimmung der Wärmeverluste

Zur Bestimmung der Wärmeverluste wurden die Rektifikationsversuchen bei totalem Rücklauf mit den in Tabelle 9.3 aufgeführten Reinstoffen durchgeführt. Hierdurch wurde eine konstante definierte Temperatur (Siedetemperatur der Reinstoffe) im Inneren der Apparate gewährleistet. Die Wärmeverluste können dann aus der Energiebilanz nach Gleichung 2.13 unter Verwendung der gemessenen Massenströme am Kopf und Sumpf berechnet werden.

Tab. 9.3: Siedepunkte der verwendeten Stoffe für die Wärmeverlustbestimmung bei Standardbedingungen. Alle Chemikalien wurden von Fisher Scientific (Belgien) mit einer Reinheit besser 99,5 % beschafft.

Stoff	Siedepunkt / °C
n-Hexan	68,7
Cyclohexan	80,3
n-Heptan	98,4
n-Octan	125,6

9.4.6 Visualisierung der Strömung

Zur Visualisierung der Strömungsbedingungen wurden auch Apparate im SLA-Verfahren (Formlabs, USA) aus transparentem Kunstharz (High Temp Resin, Formlabs, USA) hergestellt, die der HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration entsprachen. Um eine ausreichende Festigkeit und Prozessstabilität zu gewährleisten, wurde die Wandstärke auf 1 mm erhöht.

Die Versuchsdauer war auf etwa eine Stunde begrenzt, da der Farbstoff in das Kunstharz eindrang und Ablagerungen verursachte. Aufgrund des proprietären Charakters des SLA-Systems standen keine anderen transparenten geeigneten Kunstharze zur Verfügung. Eine Verlängerung der Aushärtungszeit mittels Ultraviolett (UV)-Licht oder eine Beschichtung mit speziellen Lacken [226] könnten die Beständigkeit ggf. zwar erhöhen, aber sie würden auch die Transparenz des Materials verringern, weshalb diese Maßnahmen nicht durchgeführt wurden.

Kurzzusammenfassung des Kapitels

Um die HeliDist-Einheiten zu charakterisieren, wurde ein flexibler Teststand aufgebaut. Dieser ermöglicht es, verschiedene Apparate hinsichtlich ihrer Wärmeverluste, Trennleistung bei unterschiedlichem Betrieb und verschiedenen Einbaupositionen zu testen. Der Teststand basiert auf dem Konzept von Sundberg et al. für Mikrorektifikationapparateteststände [77]. Der Verdampfer und der Kondensator sind außerhalb der Apparate. Über zwei Coriolis-Durchflussmesser können die Massenströme am Kopf und Sumpf genau bestimmt werden. Nach der additiven Fertigung wurden die HeliDist-Einheiten gereinigt und eventuelle Leckagestellen versiegelt und thermisch isoliert. Zur Isolierung wurden drei unterschiedliche Materialien verwendet: Glasfaser, Aerogel-Isolationsmatte und Aerogelbruchstücke. Um die thermischen Eigenschaften zu bestimmen, wurden Versuche mit Reinstoffen durchgeführt, um eine konstante Temperatur im Apparat zu gewährleisten. Über eine Energiebilanz sind so die Wärmeverluste bei unterschiedlichen Apparateinnentemperaturen zugänglich. Für die Rektifikationsversuche wurden Cyclohexan und n-Heptan als Testsystem verwendet. Insgesamt wurden über 50 verschiedene Apparate mit unterschiedlichen geometrischen Parametern und Einbauten charakterisiert. Dies unterstreicht das enorme Potenzial der additiven Fertigung für die mikroverfahrenstechnische Apparate-Entwicklung.

Ergebnisse der verfahrenstechnischen Charakterisierung

Dieses Kapitel präsentiert die experimentellen Ergebnisse der verfahrenstechnischen Charakterisierung der HeliDist-Einheiten. Das Ziel der Charakterisierung war es, das in den vorherigen Kapiteln entwickelte Apparatekonzept für die HeliDist-Einheiten experimentell zu verifizieren. Die Ergebnisse umfassen zunächst die Bestimmung der grundlegenden Eigenschaften der Apparate, wie die Benetzung und die Wärmeverluste an die Umgebung. Anschließend sind die Ergebnisse der Trennleistungsbestimmung bei totalem Rücklauf für verschiedene Apparate ausführlich präsentiert und diskutiert, insbesondere im Hinblick auf geometrische Parameter, wie die Windungszahl, die Kanalhöhe oder die Einbauten aus Abschnitt 8.2.2. Der kontinuierliche Betrieb mit Produktabzug bei endlichem Rücklaufverhältnis wurde anhand einer Machbarkeitsstudie gezeigt. Zudem wurde das HA-Modell aus Kapitel 4 mit den experimentellen Daten verglichen und validiert. Abschließend wird auf die Verwendung für die Methanolrektifikation eingegangen und die praktische Anwendung demonstriert.

Dieses Kapitel basiert in Teilen auf den Ergebnissen der studentischen Arbeiten von S. Dübal, C. Chiu, J. Betz, V. Kernebeck, A. Reuter und den Veröffentlichungen des Autors [4, 5].

10.1 Benetzung und statischer Flüssigkeitsinhalt

Die Benetzung ist eine kritische Eigenschaft für Rektifikationsapparaturen [63]. Kontaktwinkelmessungen an additiv gefertigten Probekörpern ergaben, dass sowohl Cyclohexan als auch Heptan auf der Oberfläche spreizen und es zu einer vollständigen Benetzung kommt. Mit Wasser wurden, wie im Anhang G dargestellt, Kontaktwinkel im Bereich von 70° bis 80° erzielt.

Eine eng mit der Benetzung verknüpfte Größe ist der statische Flüssigkeitsinhalt von Rektifikationsapparaturen [51, 227, 228]. Über diesen kann der Einfluss der Kapillarkraft auf die Flüssigkeitsverteilung ermittelt werden. Die Bestimmung des statischen Flüssigkeitsinhalts von HeliDist-Einheiten mit verschiedener Windungszahl n_W ergibt (vgl. Abbildung 10.1 links), dass der Flüssigkeitsinhalt in der helikalen Struktur – wie erwartet – nur gering ist. Der statische Flüssigkeitsinhalt nimmt nur um etwa 0,05 mL (entspricht

0,04 g) Cyclohexan pro Windung zu. Der linear extrapolierte Flüssigkeitsinhalt der Zu- und Abläufe liegt bei etwa 1,0 mL (bzw. 0,78 g) bei der zweiten Anschlussgeneration.

Um zu überprüfen, ob die regelmäßigen Gitterstrukturen aus Abschnitt 8.2.2 die Flüssigkeit über die Kapillarkraft verteilen können, wurde der statische Flüssigkeitsinhalt für verschiedene Gitterhöhen bestimmt. Wie in Abbildung 10.1 rechts dargestellt, nimmt der statische Flüssigkeitsinhalt mit zunehmender Schichthöhe linear zu. Ein Vergleich des idealen Porenvolumens der Gitterstrukturen mit den gemessenen Werten zeigt, dass die Poren zu etwa 23 % gefüllt sind. Dies ist aufgrund der großen Einheitszelle mit einer charakteristischen Länge von 2 mm nicht überraschend. Zudem sind die Kapillarkräfte aufgrund der geringen Oberflächenspannung des Testsystems nur sehr schwach ausgeprägt. Dennoch kann festgestellt werden, dass die Flüssigkeit zumindest teilweise durch Kapillarkräfte gehalten werden kann.

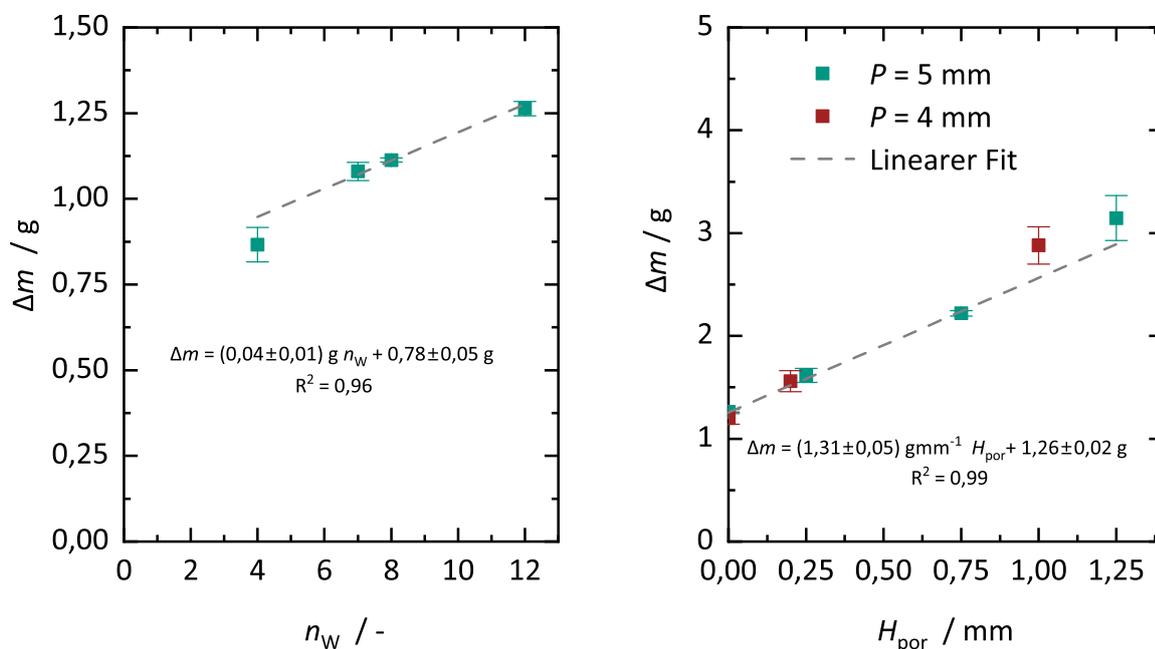


Abb. 10.1: Ergebnissen der Bestimmung des statischen Flüssigkeitsinhaltes. Links: Für HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration in Abhängigkeit der Windungszahl n_W . Rechts: Einfluss der Höhe der Gitterstruktur auf der unteren Seite des Kanals (vgl. auch 8.2.2) mit einer Einheitszellengröße von 2 mm und einer Ganghöhe P von 4 mm bzw. 5 mm mit jeweils 12 Windungen. Beide lineare Regressionen wurden mit einer exponentiellen Gewichtung der Standardabweichung der Messwerte durchgeführt.

10.2 Isolationskonzepte

Um die Wärmeverluste der HeliDist-Einheit zu minimieren, wurden verschiedene Isolationsmaterialien und -methoden untersucht. Dazu wurde der Zwischenraum zwischen dem äußeren und zylindrischen Innenteil der HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration entweder mit konventionellen Glasfaser- oder Aerogelfasermatten oder einer

Schüttung aus Aerogelbruchstücken gefüllt, wie in Abbildung 8.6 beispielhaft für die Glasfaserisolierung dargestellt.

In Abbildung 10.2 ist der Wärmeverlust einer Kolonne mit 9 Windungen in Abhängigkeit des Verdampfermassenstroms für die drei untersuchten Isolationsmethoden dargestellt. Die Wärmeverluste zeigen nahezu keine Abhängigkeit vom Verdampfermassenstrom. Bei der Glasfaserisolierung (grüne Quadrate) und der Pyrogel XTE Isolierung (blaue Dreiecke) war eine leichte Zunahme der Wärmeverluste mit einer leichten Steigerung des Verdampfermassenstroms zu beobachten, jedoch lediglich im Bereich von 0,5 W. Bei der Aerogelisolierung (rote Kreise) war eine solche Zunahme nicht festzustellen. Dies deutet darauf hin, dass die Hauptwärmeübergangswiderstände in der natürlichen Konvektion an der Außenseite und der Wärmeleitung durch die Isoliermaterialien liegen, wie bereits in der Literatur für andere Mikrodestillationsapparaturen beschrieben [77]. Für die Anwendung bedeutet dies, dass die HeliDist-Einheiten bei möglichst hohen Verdampferleistungen betrieben werden sollten, um den Einfluss der Wärmeverluste zu minimieren. Bei einem Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} Cyclohexan liegt der relative Wärmeverlust bezogen auf die Verdampferleistung von 14 W bei 37 % für die Pyrogel XTE Isolierung. Bei 250 g h^{-1} beträgt dieser Anteil nur noch 21 % und wäre bei höheren Massenströmen entsprechend noch geringer.

Die Ergebnisse der Wärmeverlustmessungen für die drei Isoliermaterialien sind in Abbildung 10.3 in Abhängigkeit von der Siedetemperatur der untersuchten Reinstoffe aufgetragen. Die Verwendung von Aerogelisoliermatten reduzierte die Wärmeverluste im Vergleich zur Glasfaserisolierung, jedoch nicht so stark, wie es die um etwa 40 % geringere Wärmeleitfähigkeit von Aerogelisoliermatte vermuten ließ. Die gemessenen Verluste für die Aerogel-Bruchstück-Schüttung lag zwischen den beiden Materialien.

Abbildung 10.3 zeigt einen linearen Anstieg der Wärmeverluste mit steigender Siedetemperatur und somit auch der Innentemperatur der Apparate um 96 mW K^{-1} . Die Extrapolation der Werte auf einen Wärmeverlust von 0 W ergibt eine Temperatur von etwa $30 \text{ }^\circ\text{C}$, was darauf hinweist, dass die Wärmeleitung den entscheidenden Wärmedurchgangswiderstand zur Umgebung darstellt.

Betrachtet man die Wärmeverluste in Abhängigkeit von der Mantelfläche des ummantelnden Zylinders der helikalen Struktur in Abbildung 10.3 (rechts), lässt sich feststellen, dass eine erwartete lineare Korrelation mit der Fläche besteht. Die extrapolierten Werte für eine Mantelfläche von 0 m^2 sind jedoch deutlich positiv. So liegt der extrapolierte Wert für die Versuche mit Oktan bei $6,1 \pm 0,5 \text{ W}$. Es treten daher signifikante Wärmeverluste im Bereich der Anschlüsse auf.

Diese Erkenntnis wurde durch die direkte Messung der Temperatur an den Anschlüssen mit Hilfe miniaturisierter Temperatursensoren (Heraeus, BRD) bestätigt (vgl. auch Abschnitt 9.3.3). Hierzu wurde die Temperatur des einströmenden Verdampfers schrittweise

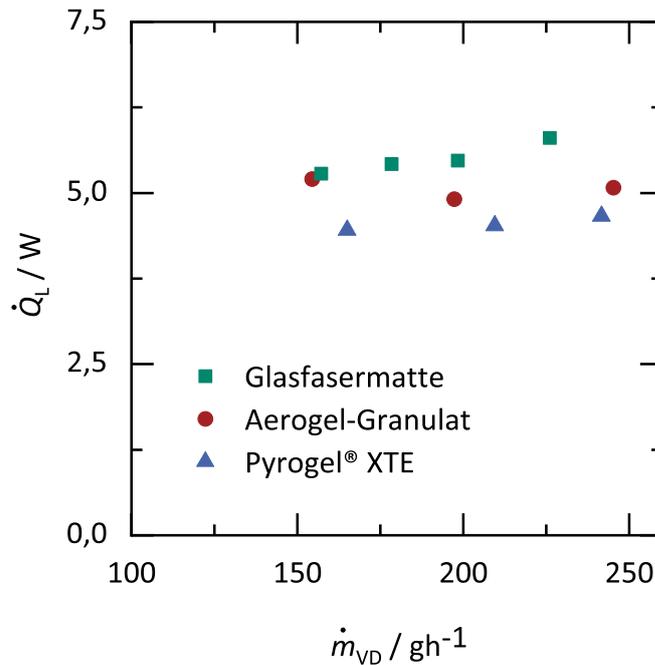


Abb. 10.2: Ergebnis der Wärmeverlustbestimmung in Abhängigkeit des Verdampfermassenstroms für die Isolation mit Glasfaser- oder Aerogelfasermatten oder einer Schüttung aus Aerogelbruchstücken. Jeweils für eine HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit 9 Windungen und einer Kanalhöhe von 5 mm ohne Begleitbeheizung. Die Versuche wurden mit reinem Cyclohexan durchgeführt.

erhöht, bis die gemessene Temperatur in der Zuführung direkt am Einlass in den zylindrischen Teil der HeliDist-Einheit über der Siedetemperatur lag und somit überhitzter Dampf eintrat. Für Messungen mit Octan ($t_{\text{Siede}} = 125 \text{ }^\circ\text{C}$) musste der Dampf dabei um 50 K überhitzt werden. Der aus der Energiebilanz berechnete Wärmeverluststrom im Anschlussbereich entspricht damit 4,1 W, was etwa der Hälfte der gesamten Wärmeverluste von etwa 8 W bei diesen Bedingungen entspricht, wie in Abbildung 10.3 (links) verzeichnet.

Um die ungewollte Kondensation im Inneren der Kolonne weiter zu reduzieren, wurde eine aktive Isolierung untersucht, bei der ein elektrischer Heizmantel (Horst, BRD) zusätzlich außen um die Isolierung angebracht und dessen Temperatur geregelt wird. Dieses Verfahren wird typischerweise bei kleinskaligen und Labor-Rektifikationsapparaturen eingesetzt, erhöht jedoch den gesamten Energiebedarf des Prozesses [61]. In Abbildung 10.4 sind die Ergebnisse in Abhängigkeit der Differenz zwischen der geregelten Temperatur und der Siedetemperatur der untersuchten Stoffe dargestellt. Die aus der linearen Regression ermittelten Wärmedurchgangswiderstände (bezogen auf diese Temperaturdifferenz) sind in derselben Größenordnung wie bei der Variation der Siedetemperaturen. Aufgrund der ungleichmäßigen Form und der Nähe zu den Anschlüssen konnte die Temperaturdifferenz zwischen Siedetemperatur und Manteltemperatur abhängig von der Siedetemperatur nur auf 5 K bis 35 K je nach untersuchtem Reinstoff reduziert werden,

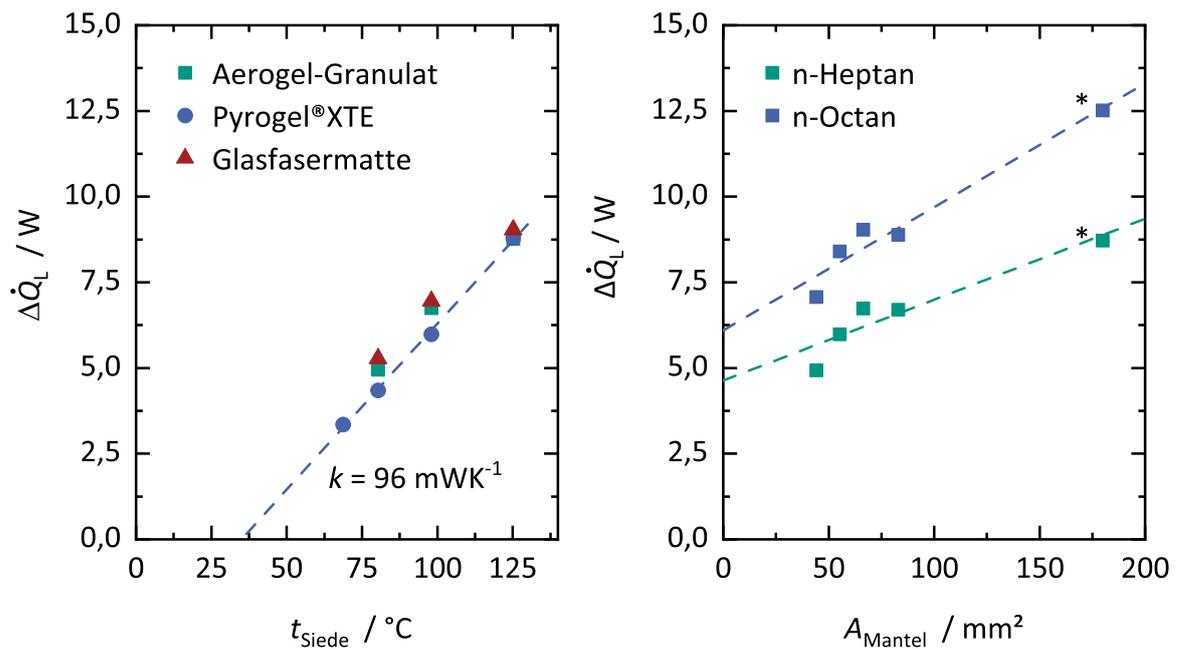


Abb. 10.3: Ergebnis der Wärmeverlustbestimmung. Links: Ergebnisse der Messungen für eine HeliDist-Einheit V2 mit 9 Windungen und einer Kanalhöhe von 5 mm ohne Begleitbeheizung des Mantels mit Reinstoffen mit verschiedenen Siedetemperaturen t_{Siede} (vgl. auch Tabelle 9.3). Rechts: Einfluss der Mantelfläche A_{Mantel} des helikalen Kanals auf die Wärmeverluste \dot{Q}_L für HeliDist-Einheit der zweiten bzw. (*) dritten Anschlussgeneration. Ergebnisse der linearen Regression für n-Octan: $\dot{Q}_L = (0,036 \pm 0,005 \text{ W mm}^{-2}) \cdot A_{\text{Mantel}} + 6,1 \pm 0,5 \text{ W}$ und n-Heptan: $\dot{Q}_L = (0,023 \pm 0,006 \text{ W mm}^{-2}) \cdot A_{\text{Mantel}} + 4,6 \pm 0,6 \text{ W}$.

da der Betrieb dann instabil wurde. Dadurch waren die erzielten Ergebnisse begrenzt. Dies wird darauf zurückgeführt, dass insbesondere in der Nähe der Anschlüsse bei einer hohen elektrischen Heizleistung lokal die Siedetemperatur überschritten wurde und es zur Verdampfung kam. In Anhang H sind die Temperaturverteilungen im Heizmantel dargestellt.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass eine weitere Verbesserung durch eine symmetrische Isolierung der HeliDist-Einheit der 3. Generation in Kombination mit der elektrischen Beheizung erzielt werden könnte. Da jedoch der Einfluss auf die Trennleistung gering ist, wie in Abschnitt 10.3.4 erläutert wird, wurde in dieser Arbeit auf eine Umsetzung dieser Maßnahmen verzichtet.

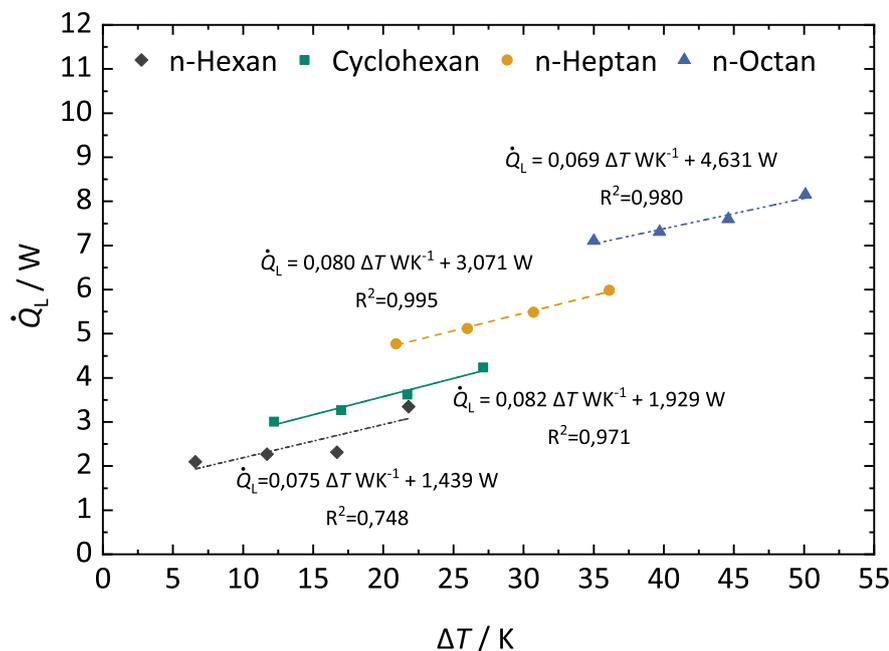


Abb. 10.4: Ergebnis der Wärmeverlustbestimmung in Abhängigkeit der Temperaturdifferenz zwischen Regeltemperatur der Begleitbeheizung und Siedetemperatur der Reinstoffen t_{Siede} (vgl. auch Tabelle 9.3) für eine HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit 9 Windungen.

10.3 Trennleistung

Im folgenden Abschnitt werden die Ergebnisse der Rektifikationsversuche zu den grundlegenden Einflussfaktoren auf die Trennleistung bei totalem Rücklauf für das Testsystem Cyclohexan/n-Heptan für die HeliDist-Einheiten ohne Einbauten präsentiert.

10.3.1 Einfluss der Kanalhöhe

Zunächst wurde das grundsätzliche Trennprinzip experimentell verifiziert und die Kanaldimensionen festgelegt. Insgesamt wurden sieben HeliDist-Einheiten der 1. Anschlussgeneration untersucht. Jede dieser sieben Einheiten hatte 4 Windungen und unterschiedliche Kanalhöhen H_K im Bereich von 2 mm bis 8 mm. Die Charakterisierung erfolgte unter denselben Bedingungen wie bei der Modellierung in Kapitel 3 und 4, bei einer Verdampferleistung von 150 g h^{-1} bzw. einem F -Faktor von $0,05 \text{ Pa}^{0,5}$. Es stellte sich heraus, dass ab einer Kanalhöhe $H_K \geq 5 \text{ mm}$ stabile Betriebspunkte gefunden werden konnten. Im Laufe der Arbeit konnte die Betriebsgrenze bei der dritten Anschlussgeneration auf 4 mm erweitert werden. Der Flutpunkt zeigte sich dadurch, dass die Förderleistung im Kopf der Kolonne deutlich höher als der Verdampfermassenstrom sein konnte, ohne dass sich der Flüssigkeitsstand am Boden veränderte. Dieser Effekt kann auf ein Mitreißen der Flüssigkeit aufgrund der höheren Gasgeschwindigkeiten bei Kanalhöhe kleiner 4 mm zurückgeführt werden. Dieses Verhalten entspricht dem Fluten einer konventionellen Rektifikationskolonne.

Zwischen $H_K = 5 \text{ mm}$ und $H_K = 8 \text{ mm}$ lag die erzielte theoretische Trennstufenzahl für alle Einheiten im Bereich von $n_{\text{theo}} \approx 1,0$, wie in Tabelle 10.1 verzeichnet. Diese geringe Abhängigkeit von der Kanalhöhe ist nach der Modellierung zu erwarten und auch durch die frühen Ergebnisse von Lecky und Ewell [85] bestätigt.

Die vertikal ausgerichtete HeliDist-Einheit, die mit dem BJT/M hergestellt wurde, erreichte eine ähnliche theoretische Trennstufenzahl, wie die mit dem PBF-LB/M-Verfahren hergestellten Apparate. Offensichtlich ist der HETP-Wert für 5 mm am niedrigsten, sodass die Kanalhöhe H_K für die weiteren Untersuchungen auf 5 mm (bzw. 4 mm für die dritte Anschlussgeneration) festgelegt wurde.

Tab. 10.1: Ergebnisse der experimentellen Bestimmung der Trennleistung von HeliDist-Einheiten der 1. Anschlussgeneration mit 4 Windungen und verschiedenen H_K bei totalem Rücklauf mit dem Textsystem Cyclohexan/n-Heptan.

H_K / mm	$\dot{m}_{\text{VD}} / \text{g h}^{-1}$	$n_{\text{theo}} / -$	HETP / mm
≤ 4	geflutet	-	-
5	150	1,2	17
5 (BJT/M)	145	1,2	17
6	142	0,8	30
7	151	0,9	32
8	145	1,1	34

10.3.2 Windungszahl

Die Durchmischung der Phasen in den Fluid-Ein- und Auslässen von Destillationskolonnen kann auch zu einer Trennwirkung führen. Die Zwischenstücke zwischen konventionellen Glas-Laborrektifikationskolonnen weisen beispielsweise eine Trennleistung von bis zu einer theoretischen Trennstufe auf [88]. Daher ermöglichen die Ergebnisse in Tabelle 10.1 noch nicht die Bestimmung der Trennleistung des helikalen Kanals ohne größere Unsicherheiten, ob die Trennleistung auf den Fluid-Ein- und Auslässen beruhte. Der parametrische Aufbau und die kurzen Fertigungszeiten erlaubten es jedoch, HeliDist-Einheiten mit verschiedenen Windungszahlen einfach herzustellen und dann experimentell die Trennleistung zu messen. Aus diesen Ergebnissen kann der tatsächliche HETP-Wert aus der Steigung der theoretischen Trennstufenzahl n_{theo} in Abhängigkeit der Windungszahl n_{W} nach Gleichung 10.1 bestimmt werden.

$$\text{HETP}_{\text{Helix}} = \frac{\Delta n_{\text{W}}}{\Delta n_{\text{theo}}} \cdot H_{\text{K}} \quad (10.1)$$

Abbildung 10.5 zeigt die Ergebnisse solcher Versuche zur Bestimmung von $\text{HETP}_{\text{Helix}}$ mit verschiedenen HeliDist-Einheiten der ersten Anschlussgeneration mit 2 bis 16 Windungen für eine Belastung von $\dot{m}_{\text{VD}} = 150 \text{ g h}^{-1}$ ($F = 0,05 \text{ Pa}^{0,5}$) und $\dot{m}_{\text{VD}} = 200 \text{ g h}^{-1}$ ($F = 0,08 \text{ Pa}^{0,5}$). Die Ergebnisse deuten darauf hin, dass es den erwarteten direkten Zusammenhang zwischen der Anzahl der Windungen und der Trennleistung gibt. Es scheint jedoch mehrere stabile Betriebszustände mit unterschiedlicher Trennleistung zu geben. So zeigte die HeliDist-Einheit der 1. Anschlussgeneration mit 8 Windungen zwei stabile Zustände mit einer Trennleistung von $n_{\text{theo}} = 1,8$ und von $n_{\text{theo}} = 2,7$ bei gleichen Betriebsbedingungen von $F = 0,05 \text{ Pa}^{0,5}$ ($\dot{m}_{\text{VD}} = 150 \text{ g h}^{-1}$). Die Anzahl der Windungen erwies sich als kritischer Faktor, ob die Trennleistung im oberen oder unteren Wertebereich liegt. Für die einzelnen Einheiten mit $n_{\text{W}} \geq 8$ wurde eine lineare Korrelation mit einem $\text{HETP}_{\text{Helix}}$ von etwa 17 mm für einen Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} bestimmt. Demgegenüber steht eine um ca. 20 % bessere Trennleistung von $\text{HETP}_{\text{Helix}}$ von etwa 14 mm bei $n_{\text{W}} \leq 8$ gegenüber.

Die bestimmten Trennleistungen bei einem Verdampfermassenstrom von 200 g h^{-1} ($F = 0,08 \text{ Pa}^{0,5}$) sind erwartungsgemäß geringer. Dass Betriebsverhalten war ähnlich, auch hier zeigten sich zwei Betriebszustände für die HeliDist-Einheit mit 8 Windungen (vgl. auch Abbildung 10.5).

Zu beachten ist, dass alle bestimmten linearen Korrelationen zwischen der Windungszahl und der theoretischen Trennstufenzahl einen leicht negativen y -Achsenabschnitt bei einer extrapolierten Windungszahl von null Windungen aufwiesen. In Verbindung mit den Ergebnissen der Trennleistungsmessungen für die HeliDist-Einheit mit nur zwei Windungen, die lediglich eine Trennleistung von etwa 0,5 theoretischen Trennstufen

aufwies, wird deutlich, dass die bestimmte Trennleistung auf die Strömung im helikalen Bereich zurückzuführen ist und die die Ein- bzw. Auslaufbereiche keinen signifikanten Teil zur Trennleistung der Apparate beitragen.

Podbielniak [86] beschrieb einen Effekt von zwei Zuständen und ordnete sie einem vorbenetzten und einem trockenen Ausgangszustand zu. Im Vergleich zu diesen Untersuchungen haben die hier untersuchten HeliDist-Einheiten jedoch eine vergleichsweise geringe Anzahl von Windungen n_W , sodass eine vollständige Benetzung durch Flutung der Apparate beim Anfahren der Testanlage leicht erfolgt und ein „trockener“ Start unwahrscheinlich erscheint. Eine detaillierte Auswertung der Füllstandsdaten der durchgeführten Experimente zeigte, dass auch Apparate mit mehr als 8 Windungen, die im Anfahrprozess geflutet wurden, auch nur die Trennleistungen im niedrigen Bereich von 0,29 theoretischen Stufen pro Windung aufwiesen. Podbielniak hatte das helikale Drahtgewebe in ein Glasrohr eingeschoben, wodurch möglicherweise Spalten und Abweichungen nicht ausgeschlossen werden können. Dieses Problem wurde beispielsweise von Lecky und Ewell beschrieben [85]. Die Flutung vor der Inbetriebnahme könnte eine Kurzschlussströmung durch kapillare Flüssigkeitsbrücken in diesen Zwischenräumen verhindert haben. Die helikalen Kanäle der HeliDist-Einheit waren dicht ausgeführt, so dass ein solcher Einfluss ausgeschlossen werden kann. Aus diesen Ergebnissen kann gefolgert werden, dass der Ausgangszustand der Anlage keinen signifikanten Einfluss auf den Betrieb und insbesondere die erzielte Trennleistung hat.

Die Messungen mit einzelnen HeliDist-Einheiten der zweiten Generation zeigten ein ähnliches Betriebsverhalten wie die erste Anschlussgeneration. Die erreichten theoretischen Trennstufenzahlen lagen leicht unter denen der ersten Generation, wie der Vergleich in Abbildung 10.6 (rote Kreise) mit den Ergebnissen der ersten Generation (blaue Quadrate) für eine Verdampferleistung $\dot{m}_{VD} = 150 \text{ g h}^{-1}$ zeigt. Die HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit acht Windungen zeigte, wie auch schon bei der ersten Anschlussgeneration, zwei stabile Betriebszustände. Die Möglichkeit der Kopplung von einzelnen Apparaten zu einem größeren Apparat konnte an verschiedenen Kombinationen von HeliDist-Einheiten nachgewiesen werden. Die Ergebnisse sind ebenfalls in Abbildung 10.6 als grüne Dreiecke dargestellt. Die Nomenklatur ist in Abbildung 10.7 erklärt.

Die erzielten Werte für die theoretische Trennstufenzahl sind für die Kopplung von einer Einheit mit vier und acht Windungen („4+8“) bzw. drei Einheiten mit jeweils vier Windungen („4+4+4“) höher als für eine einzelne Einheit mit der gleichen Windungszahl von zwölf Windungen. Die Trennstufenzahl für die Kombination „4+8“ liegt dabei im Bereich, der bei linearer Extrapolation der Werte für die HeliDist-Einheiten mit $n_W \leq 8$ zu erwarten ist. Dagegen lagen die erzielten theoretischen Trennstufenzahlen für die Kopplung von „4+12“ bzw. „12+4“ etwas niedriger als für die HeliDist-Einheit der

ersten Generation mit 16 Windungen. Insgesamt wurde hier keine eindeutige Abhängigkeit zwischen der Verteilung der Windungen auf die einzelnen Apparate und den Betriebszuständen festgestellt.

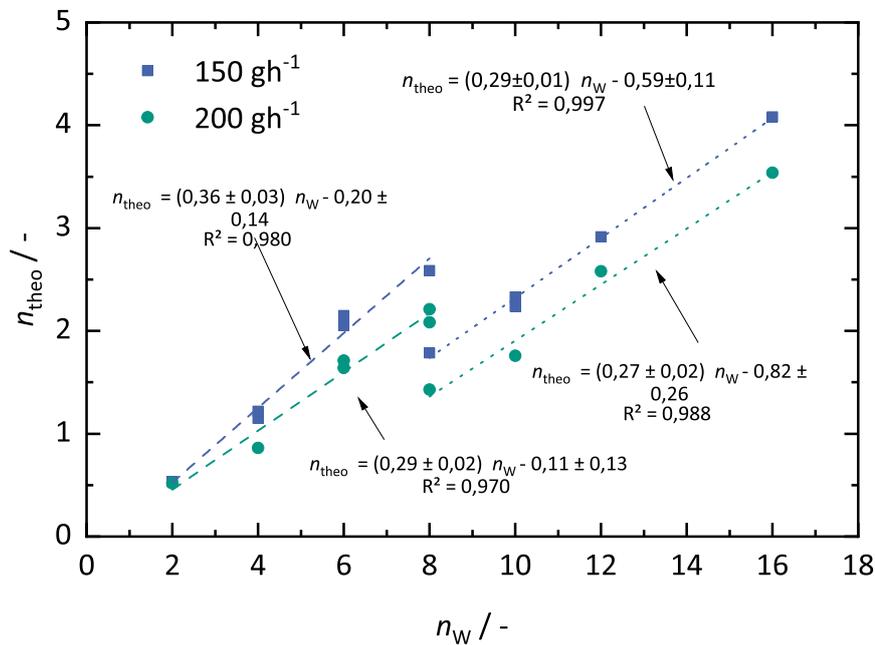


Abb. 10.5: Ergebnisse der Rektifikationsversuche bei totalem Rücklauf mit verschiedenen HeliDist-Einheiten der ersten Anschlussgeneration mit 2 bis 16 Windungen für eine Belastung von $\dot{m}_{VD} = 150 \text{ gh}^{-1}$ und $\dot{m}_{VD} = 200 \text{ gh}^{-1}$.

Die dritte Anschlussgeneration zeichnet sich durch ihre kompaktere Bauweise aus, was die Durchführung von Messungen mit bis zu vier Modulen und bis zu 20 Windungen im Teststand ermöglichte. Die resultierenden theoretische Trennstufenzahlen für Windungszahlen im Bereich von 8 bis 20 sind in Abbildung 10.8 dargestellt. Die Apparate bestanden dabei aus einem Kopfmodul und einem Sumpfmödul mit jeweils 4 Windungen und ggf. weiteren Mittelmodulen mit variabler Windungszahl. Auch für die dritte Anschlussgeneration ist eine nahezu lineare Zunahme der theoretischen Trennstufenzahl mit der Windungszahl erkennbar. Die grafische Darstellung zeigt auch die Zunahme für weitere Massenströme von bis zu 320 gh^{-1} . Auch unter höheren Belastungen bleibt die Zunahme mit der Windungszahl erhalten. Im Vergleich zur ersten und zweiten Anschlussgeneration waren keine klar abgegrenzten Betriebszustände mit hoher und niedriger Trennleistung festzustellen. Einzig die HeliDist-Einheit mit 20 Windungen wies im Gegensatz zu den anderen untersuchten Einheiten ab einem Verdampfermassenstrom von 225 gh^{-1} eine nahezu konstante Trennleistung von 4 theoretischen Stufen auf.

In Abbildung 10.9 ist der Vergleich zwischen zwei HeliDist-Einheiten mit je 16 Windungen dargestellt. Die eine Einheit (grüne Quadrate in Abbildung 10.9) bestand dabei aus vier Modulen und die andere Einheit (blaue Kreise) war nur aus drei Modulen zusammengesetzt. Die gemessenen Verläufe der theoretischen Trennstufenzahl über den

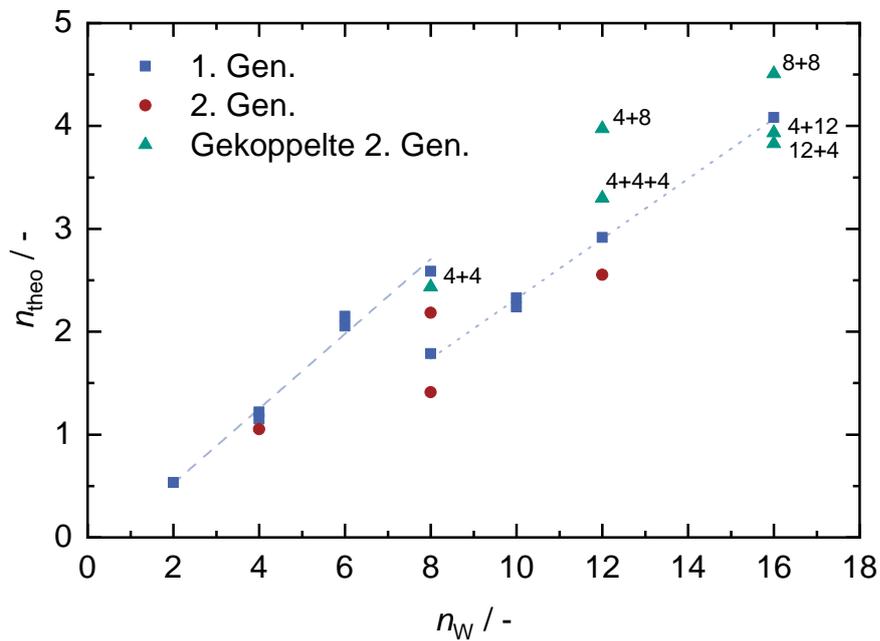


Abb. 10.6: Ergebnisse der Rektifikationsversuche bei totalem Rücklauf mit verschiedenen HeliDist-Einheiten der ersten und zweiten Anschlussgeneration mit 2 bis 16 Windungen für eine Belastung von $\dot{m}_{VD} = 150 \text{ g h}^{-1}$. Die Bezeichnung der gekoppelten Einheiten wird in Abbildung 10.7 erklärt.



Abb. 10.7: Illustrative Darstellung der Bedeutung und der Bezeichnung der gekoppelten Apparate am Beispiele eines Apparates mit 12 Windungen. „X+Y+Z“ beschreibt dabei gekoppelte Einheiten mit X Windungen im unteren, Y Windungen im mittleren und Z im oberen Apparat.

Verdampfermassenstrom sind im Rahmen der Messgenauigkeit identisch und belegen, dass die Anschluss- und Verbindungselemente auch bei der dritten Anschlussgeneration keinen signifikanten Einfluss haben. Dieses Ergebnis ist besonders relevant für die praktische Anwendung der Apparate, da es eine Skalierung der Trennleistung durch die Verbindung von Apparaten ermöglicht. Somit kann die für die Trennaufgabe notwendige theoretische Trennstufenzahl über die Kombination mehrerer Einheiten erreicht werden, wenn dies mit einer Einheit allein nicht möglich ist.

Die Trennleistung des helikalen Kanals wurde durch Temperaturmessungen an verschiedenen Stellen einer HeliDist-Einheit der dritten Anschlussgeneration mit 20 Windungen zusätzlich verifiziert. Dabei traten die erwarteten Temperaturunterschiede zwischen den Windungen auf, wie in Tabelle 10.2 und Abbildung 10.10 dokumentiert ist. Wie bereits erwähnt, waren die Trennleistungen für die Versuche bei Verdampfermassenströmen zwischen 225 g h^{-1} und 320 g h^{-1} nahezu konstant. Dies zeigt sich auch im nahezu identischen Temperaturverlauf, wie in Abbildung 10.8 dargestellt. Bei 225 g h^{-1} war die ermittelte theoretische Trennstufenzahl höher, was sich auch in einem entsprechend höheren Temperaturgradienten zwischen den einzelnen Messpunkten niederschlug (vgl. hierzu auch Abbildung 10.10).

Unter der Annahme, dass die gemessene Temperatur der Gleichgewichtstemperatur entspricht, lassen sich aus der Gleichung 2.1 die lokalen Zusammensetzungen ableiten. Damit kann die Trennleistung zwischen zwei Messpunkten berechnet werden, woraus die in Tabelle 10.2 aufgeführten Trennleistungen resultieren. Der Mittelwert der drei ermittelten Werte ergibt eine Trennleistung von 0,26 theoretischen Trennstufen pro Windung für den Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} bzw. 0,18 theoretischen Trennstufen pro Windung für 320 g h^{-1} . Diese Werte entsprechen den ermittelten Werten von 0,2 bzw. 0,26 theoretischen Stufen pro Windung aus den Daten für die gesamte HeliDist-Einheit. Diese Methode könnte in Zukunft eine genaue Überwachung und darauf basierende dynamische Regelung der HeliDist-Einheiten ermöglichen, was insbesondere für dezentrale Anwendungen mit dynamischen Lastfällen notwendig werden könnte [229].

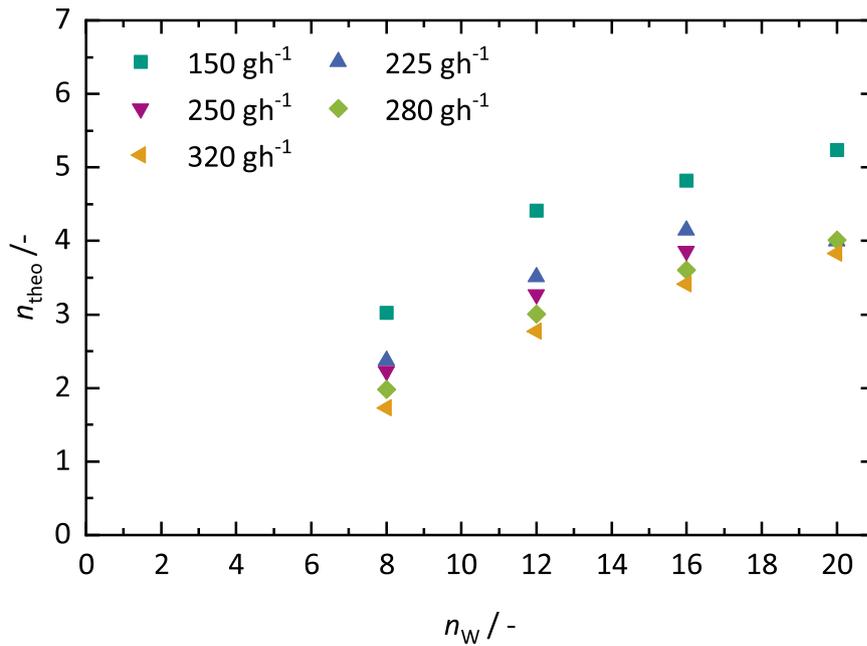


Abb. 10.8: Ergebnisse der Rektifikationsversuche bei totalem Rücklauf mit verschiedenen HeliDist-Einheiten der dritten Anschlussgeneration mit 8 bis 20 Windungen für einen Verdampfermassenstrom von $\dot{m}_{VD} = 150 \text{ g h}^{-1}$ bis $\dot{m}_{VD} = 320 \text{ g h}^{-1}$. Die Kanalhöhe betrug 4 mm.

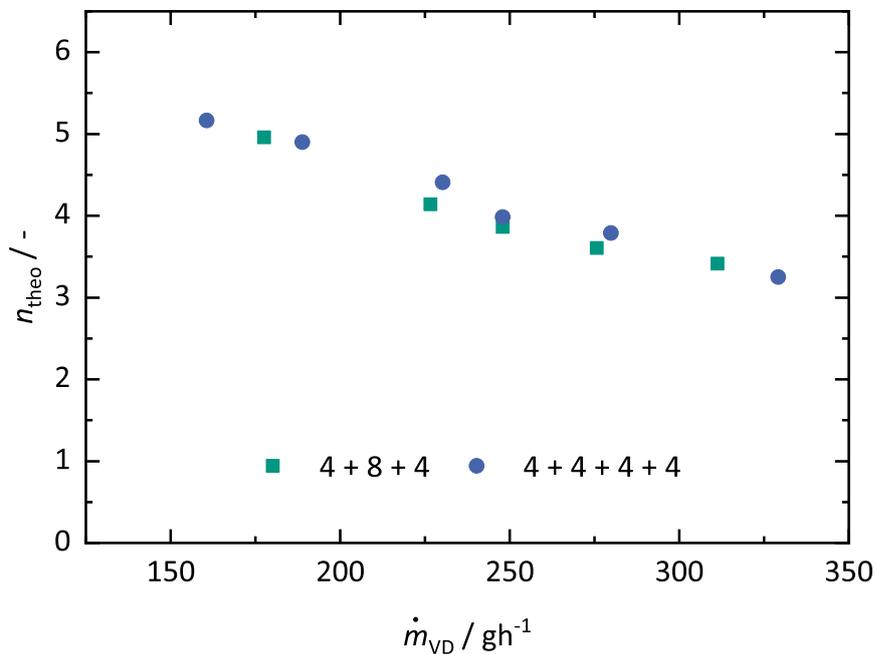


Abb. 10.9: Ergebnisse der Rektifikationsversuche bei totalem Rücklauf mit verschiedenen HeliDist-Einheiten der dritten Anschlussgeneration mit 16 Windungen und einer Kanalhöhe von 4 mm für eine Belastung von $\dot{m}_{VD} = 150 \text{ g h}^{-1}$ bis $\dot{m}_{VD} = 350 \text{ g h}^{-1}$. Die Bedeutung der Bezeichnung der gekoppelten Einheiten wird in Abbildung 10.7 erklärt.

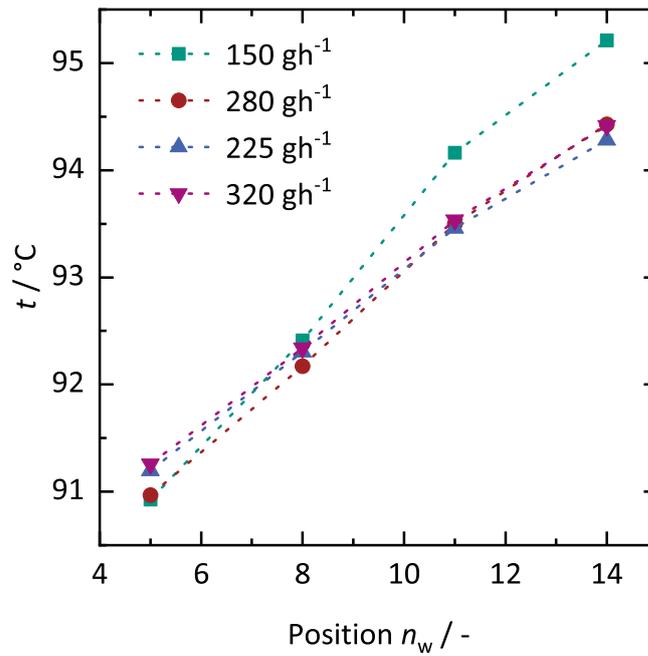


Abb. 10.10: Ergebnisse der lokalen Temperaturmessung bei Rektifikationsversuchen bei totalem Rücklauf mit einer HeliDist-Einheit der dritten Anschlussgeneration mit 20 Windungen für verschiedene Verdampfermassenströme. Die miniaturisierten PT100-Temperatursensoren wurden dabei mittig auf die Windung bei der Windungslaufzahl n_w (vom Kopf der Kolonne aus gezählt) angebracht.

Tab. 10.2: Ergebnisse der Temperaturmessungen an einer HeliDist-Einheit der dritten Anschluss-generation mit 20 Windungen für einen Verdampfermassenstrom von $\dot{m}_{VD} = 150 \text{ g h}^{-1}$ und $\dot{m}_{VD} = 320 \text{ g h}^{-1}$. Die miniaturisierten PT100-Temperatursensoren wurden dabei mittig auf die Windung bei der Windungslaufzahl n_W (vom Kopf der Kolonne aus gezählt) angebracht. Die Zusammensetzung an dieser Stelle wurde mit Hilfe der Gleichung 2.1 berechnet und daraus die theoretische Trennstufenzahl zwischen zwei Temperaturmessstellen ermittelt.

$\dot{m}_{VD} / \text{g h}^{-1}$	150			320		
Position bei n_W	$t / ^\circ\text{C}$	$x_{GG} / \text{mol mol}^{-1}$	$n_{\text{theo}} / -$	$t / ^\circ\text{C}$	$x_{GG} / \text{mol mol}^{-1}$	$n_{\text{theo}} / -$
5	90,9	0,37	0,70	91,3	0,35	0,47
8	92,4	0,29	0,98	92,3	0,30	0,62
11	94,2	0,20	0,66	93,5	0,23	0,53
14	95,2	0,15		94,4	0,19	

10.3.3 Winkelabweichungen

Die Neigung der helikalen Kanäle ist äußerst gering. Daher könnten bereits geringfügige Abweichungen des Montagewinkels vom Auslegungswinkel von 45° den Betrieb beeinflussen, wie auch aus der Modellierung der Flüssigkeitsströmung in Abschnitt 3.5 hervorgeht. In ersten Vorversuchen wurde kein signifikanter Einfluss auf die Trennleistung festgestellt. Aufgrund der zwei beobachteten Betriebszustände im vorherigen Abschnitt wurde der Einfluss jedoch nochmals detaillierter untersucht. Dazu wurde eine deutlich starrere und genauere portionierbare Halterung für die Montage der HeliDist-Einheiten verwendet (vgl. auch Abschnitt 8.2.3).

Der Montagewinkel von drei HeliDist-Einheiten mit 4, 8 und 12 Windungen wurde bei einer konstanten Belastung (F -Faktor von $0,05 \text{ Pa}^{0,5}$ bzw. $\dot{m}_{VD} = 150 \text{ g h}^{-1}$) variiert. Die experimentell bestimmte Trennleistung ist in Abbildung 10.11 dargestellt und zeigt signifikante Auswirkungen einer Abweichung des Montagewinkels der Apparate. Die Ergebnisse sind richtungsabhängig, sowohl hinsichtlich der erzielten Trennleistung als auch bezüglich der maximal zulässigen Auslenkung. Gegen den Uhrzeigersinn konnten die Apparate zwischen $-7,5^\circ$ und 0° gekippt werden, ohne dass sich die Trennleistung merklich veränderte. Erst bei hohen Abweichungen von $\Delta\alpha = -10^\circ$ wurde ein Anstieg nahe der Betriebsgrenze beobachtet. Hingegen gab es bei einer Drehung der Apparate im Uhrzeigersinn einen kleinen Bereich um 5° , in dem die Trennleistung etwa doppelt so hoch war wie bei einem Winkel von $\Delta\alpha = 0^\circ$. Zudem konnten die Apparate noch über

15° verkippt betrieben werden. Mit zunehmendem Winkel fällt die Trennleistung wieder auf den Ausgangswert von etwa 0,2 theoretische Trennstufen pro Windung ab.

Der Verlauf in Abhängigkeit der Winkelabweichung erklärt die gefundenen Betriebszustände aus Abschnitt 10.3.2. Im Bereich zwischen -10° bis 0° und $> 10^\circ$ beträgt die Trennleistung nahezu konstant 0,2 theoretische Trennstufen pro Windung. Die Fixierung der HeliDist-Einheiten befindet sich im unteren Teil, sodass bei zunehmender Größe des Apparates ein Kippen in die negative Richtung wahrscheinlicher ist, da die Schläuche und das Eigengewicht des Apparates ein größeres Drehmoment in diese Richtung ausüben. Dies erklärt, warum die Apparate mit $n_W \geq 8$ in Abbildung 10.5 eine geringere Trennleistung aufweisen. Gleichzeitig machen die Ergebnisse für den Apparat mit nur 4 Windungen in Abbildung 10.11 deutlich, dass der Einfluss bei 4 Windungen in absoluten Werten geringer ist und stark von anderen Messabweichungen überlagert werden. Dies erklärt die Ergebnisse von Vorversuchen bei denen keine Winkelabhängigkeit identifiziert wurde.

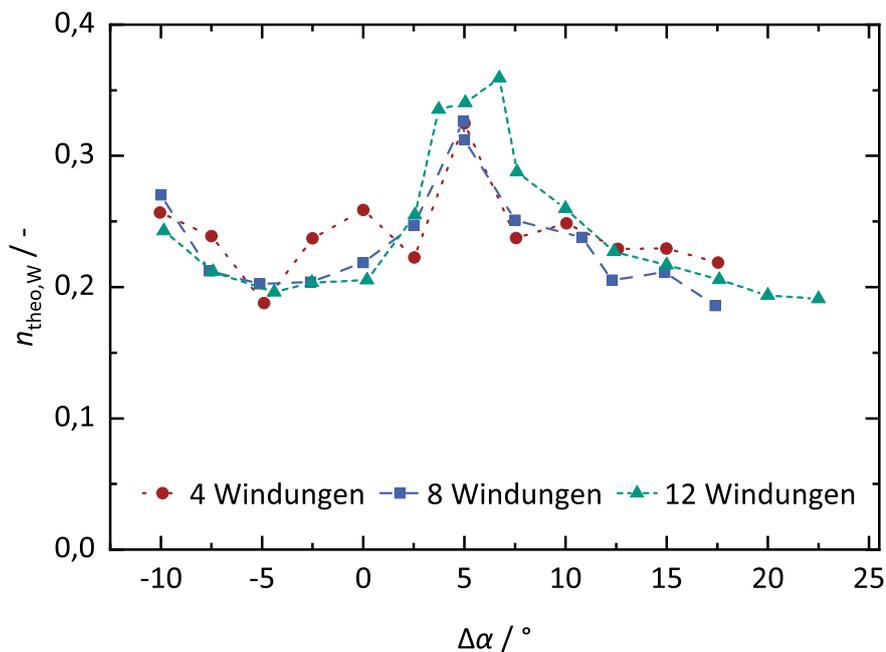


Abb. 10.11: Theoretische Trennstufenzahl n_{theo} pro Windung in Abhängigkeit der Winkelabweichung $\Delta\alpha$ für eine Windungszahl von $n_W = 4, 8$ und 12 bei einem Verdampfermassenstrom von $\dot{m}_{\text{VD}} = 150 \text{ g h}^{-1}$ bzw. F -Faktor von $0,05 \text{ Pa}^{0,5}$.

Der Unterschied in der maximal zulässigen Auslenkung, je nach Drehrichtung, kann dadurch erklärt werden, dass der Flüssigkeitsfüllstand am Auslass vom Montagewinkel abhängt, wie in Abbildung 10.12 links illustriert. Bei einer Drehung gegen den Uhrzeigersinn erhöht sich der Flüssigkeitsstand im Sumpf der Kolonne, da der höchste Punkt des Flüssigkeitsauslasses in vertikaler Richtung ansteigt. Dies kann zu einem früheren Flüssigkeitsmitriss führen. In Abbildung 10.12 rechts ist der relative Betriebsinhalt von Cyclohexan in Abhängigkeit vom Winkel für eine Einheit mit 12 Windungen dargestellt.

Während bei 5° der Hold-up um etwa 0,2 g im Vergleich zur Ausgangslage erhöht ist, steigt er bei einer Drehung um -5° bereits um 0,6 g an.

Es liegt daher nahe, dass dieser Effekt auch eine mögliche Erklärung für die Unterschiede in der Trennleistung sein könnte. Die Ergebnisse in Abbildung 10.11 widersprechen dem jedoch, da die Anzahl der theoretischen Trennstufen pro Windung konstant bleibt, unabhängig davon, ob eine Einheit mit 4, 8 oder 12 Windungen untersucht wird. Wenn eine höhere Trennleistung durch ein Aufstauen der Flüssigkeit im Sumpf der Kolonne erreicht werden würde, müsste die spezifische Trennleistung mit zunehmender Windungszahl abnehmen. Daher muss die Ursache auf einer Veränderung der Strömung im helikalen Kanal in jeder Windung liegen.

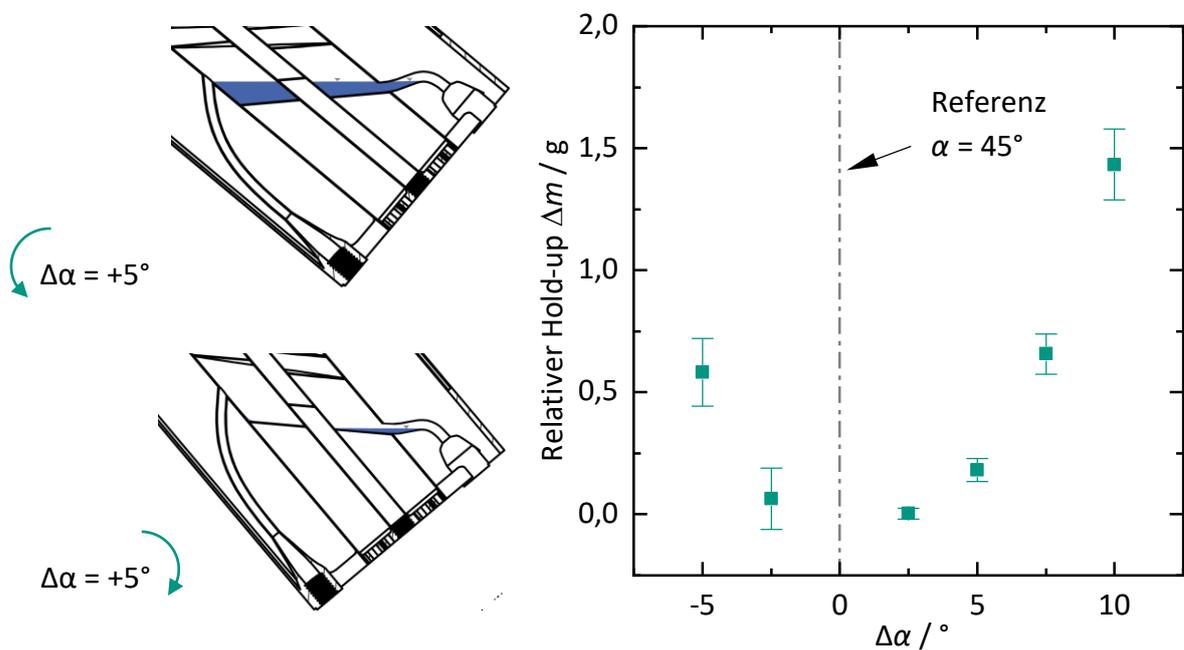


Abb. 10.12: Links: Illustration der Auswirkung der Verkippung der Apparate auf den Füllstand im Sumpf. Rechts: Änderung des relativen Flüssigkeitsinhaltes bei Verkippung.

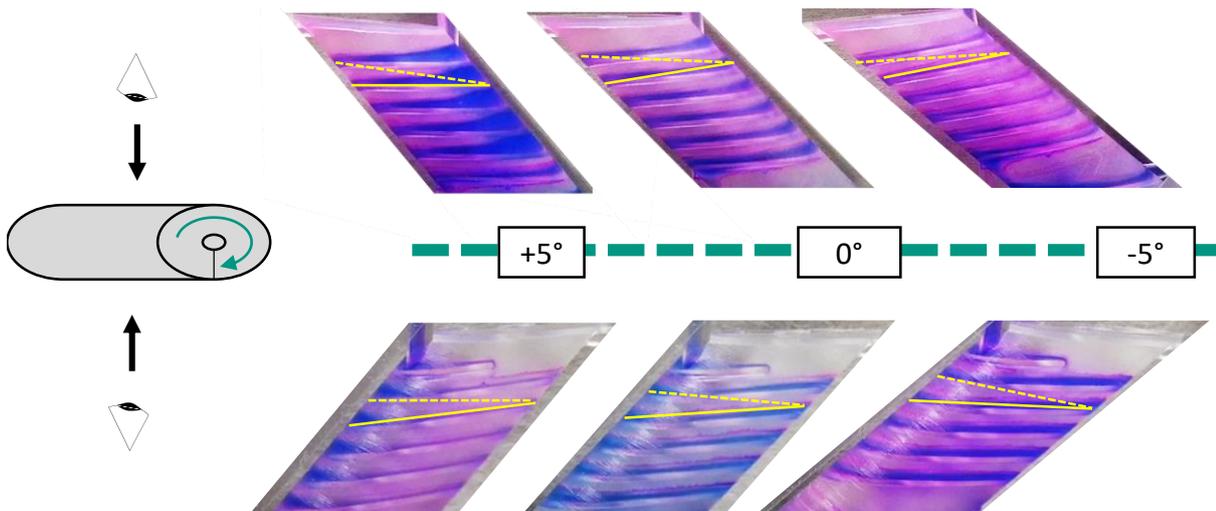


Abb. 10.13: Strömungsvisualisierung in einer HeliDist und blau gefärbtem Cyclohexan mit einem $\dot{m}_{VD} = 150 \text{ g h}^{-1}$. Die Bilder zeigen Einheiten mit unterschiedlichen Neigungen von $\alpha = 40^\circ, 45^\circ$ und 50° . Die gelben Linien zeigen die Neigung des äußeren Pfades auf der Helix des Kanals an. Die durchgezogenen Linien stellen die vorderste Linie in Blickrichtung dar und die gestrichelte Linie die hintere Linie (siehe auch Abbildung 10.2).

Um einen Einblick in die Strömung innerhalb der Apparate zu erhalten, wurde die Strömung durch Versuche im kalten Zustand mit eingefärbtem Cyclohexan in transparenten HeliDist-Einheiten aus Kunststoff visualisiert. Zu beachten sind die Unterschiede zu den HeliDist-Einheiten die aus Edelstahl gefertigt wurden. Aus fertigungstechnischen Gründen musste die (Mindest-)Wandstärke auf 1 mm erhöht werden. Zudem zeigten die Oberflächen eine geringere Oberflächenrauigkeit im Vergleich zu den Edelstahloberflächen mit dem PBF-LB/M-Verfahren. Cyclohexan zeigte auch auf dieser Kunstharzoberfläche eine vollständige Benetzung, wie sie auch auf den Edelstahloberflächen beobachtet wurde. Somit ermöglichen die erzielten Ergebnisse zumindest qualitative Schlussfolgerungen über die vorherrschenden Strömungsbedingungen.

In Abbildung 10.13 sind die Aufnahmen von zwei Seiten für Auslenkungen von $-5^\circ, 0^\circ$ und 5° verglichen. Die in der Mitte dargestellten Aufnahmen zeigen eine relativ ähnliche Flüssigkeitshöhe von beiden Seiten. Durch das Kippen der Einheiten wird die Steigung der Kanäle auf der einen Hälfte einer Windung erhöht, während sie auf der anderen Hälfte verringert wird. Die Verkippung um 5° in positive Richtung hebt den Flüssigkeitsspiegel bis zum oberen Ende des Kanals an, während dies bei einer Verkippung in die negative Richtung nicht der Fall ist. Dadurch wird die benetzte Oberfläche vergrößert und auch der Flüssigkeitsstrom neu gemischt. Beide Effekte können die Trennleistung erhöhen.

Der Effekt lässt sich erklären, wenn man den asymmetrischen Querschnitt der Kanäle betrachtet. Der Kanalquerschnitt auf der einen Hälfte weist einen spitzen Winkel am Innenrohr und an der Außenwand einen stumpfen Winkel auf (siehe auch Abbildung 10.14), während es auf der anderen Hälfte genau umgekehrt ist. Bei einer Drehung in die Richtung des spitzen Winkels wird die Flüssigkeit aufgrund der Querschnittsverengung durch den spitzen Winkel aufgestaut.

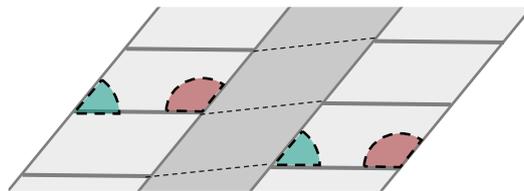


Abb. 10.14: Asymmetrischer Querschnitt des Kanals: Die roten Markierungen zeigen die stumpfen Winkel an und die grünen Markierungen einen spitzen Winkel.

Ausgehend von grundlegenden geometrischen Überlegungen wird in Gleichung 10.2 eine vereinfachte Gleichung für die durchschnittliche Steigung in z -Richtung (Gravitation) vorgeschlagen, wie in Abbildung 10.13 mit gelben Linien dargestellt.

$$\alpha_{K,m} \simeq \pm \arcsin \frac{0.5 \cdot H_K}{\sqrt{2} \cdot R_K} \approx 4,1^\circ \quad (10.2)$$

Dies steht in guter Übereinstimmung mit dem Maximum der Trennleistung n_{theo} bei einer Winkelabweichung $\Delta\alpha \approx \alpha_K$, wie sie in den Rektifikationsexperimenten beobachtet wurde.

Basierend auf diesen Erkenntnissen wurden weitere Untersuchungen mit einer Kanalhöhe von 4 mm durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 10.15 dargestellt. In einem engen Winkelbereich konnte ein stabiler Betriebsbereich identifiziert werden, der nur von etwa $-2,5^\circ$ bis 10° reichte. Im Vergleich zur 5 mm-Variante ist insbesondere in negativer Richtung nur eine sehr geringe Verkippung zulässig. Dies unterstreicht die Notwendigkeit einer sehr präzisen Positionierung und Montage insbesondere bei geringeren Kanalhöhen und erklärt auch die Ergebnisse aus 10.3.1 bei denen für die erste Anschlussgeneration kein stabiler Betrieb für eine Kanalhöhe von 4 mm erzielt werden konnte. Bei einem höheren Verdampfermassenstrom von $\dot{m}_{VD} = 270 \text{ g h}^{-1}$ ist der Betriebsbereich noch weiter eingeschränkt und war nur zwischen $\Delta\alpha_M = 0^\circ$ und $7,5^\circ$ möglich. Der Effekt des Massenstroms wird im Folgenden noch detaillierter erläutert.

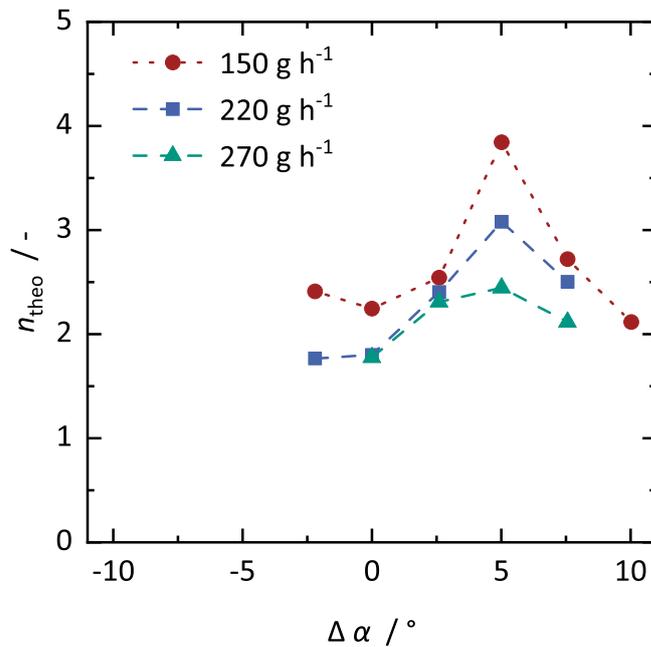


Abb. 10.15: Anzahl der theoretischen Trennstufen n_{theo} pro Windung in Abhängigkeit der Winkelabweichung $\Delta\alpha$ für eine Windungszahl von $n_W = 12$ und einer Ganghöhe von $H_K = 4 \text{ mm}$ bei einem Verdampfermassenstrom von $\dot{m}_{\text{VD}} = 150 \text{ g h}^{-1}$, $\dot{m}_{\text{VD}} = 220 \text{ g h}^{-1}$ und $\dot{m}_{\text{VD}} = 270 \text{ g h}^{-1}$ bzw. F -Faktor von $0,05 \text{ Pa}^{0,5}$, $0,08 \text{ Pa}^{0,5}$ und $0,10 \text{ Pa}^{0,5}$.

10.3.4 Einfluss der Wärmeverluste auf die Trennleistung

Um Wärmeverluste als Einflussfaktor zu analysieren, wurden die Trennleistung der HeliDist-Einheiten für die drei Isolierungsarten (Glasfasermatte, Pyrogel XTE und Aerogelbruchstücke) bei verschiedenen Regeltemperaturen der elektrischen Begleitbeheizung untersucht. Die Ergebnisse sind in Abbildung 10.16 dargestellt. Diese Messungen wurden vor den Untersuchungen aus dem vorherigen Abschnitt noch mit der einfacheren Halterung durchgeführt, daher sind die Unterschiede zwischen der Aerogelbruchstückisolierung (blaue Kreise in Abbildung 10.16) und der Isolierung mit einer Glasfasermatte (grüne Rechtecke) bzw. Pyrogel XTE (gelbe Dreiecke) auf Winkelabweichungen zurückzuführen. Der Vergleich des Einflusses der Temperatur für jeweils eine Isolationsmethode lässt dennoch Rückschlüsse auf den Einfluss der Wärmeverluste auf die Trennleistung zu.

Betrachtet man die Messreihe mit der Aerogelgranulat-Isolierung, so schwankt die Trennleistung nur um etwa 0,1 theoretische Trennstufen bei einer Gesamtleistung von 2,6 theoretischen Trennstufen und zeigt damit keinen signifikanten Einfluss der Begleitbeheizungstemperatur zwischen 55°C und 80°C . Bei der Isolierung mit einer Glasfasermatte und der Pyrogel XTE-Isolierung war zwar eine leichte Abnahme mit zunehmender Temperatur erkennbar, jedoch lag diese Abnahme innerhalb der Schwankungsbreite von

0,1 Trennstufen der Messungen. Somit lässt sich feststellen, dass im untersuchten Bereich der Einfluss sehr gering ist. Diese Ergebnisse unterstreichen gleichzeitig, dass die HeliDist-Einheiten über längere Zeiträume stabil betrieben werden können.

Die Erkenntnisse bezüglich des Einflusses der Wärmeverluste auf die Trennleistung sind besonders relevant für zukünftige dezentrale Anwendungen. Ein stabiler Betrieb ist hierdurch auch bei Schwankungen der Raumtemperatur zu erwarten, und eine einfache Isolierung genügt, ohne dass eine energetisch ineffiziente aktive Isolierung erforderlich ist.

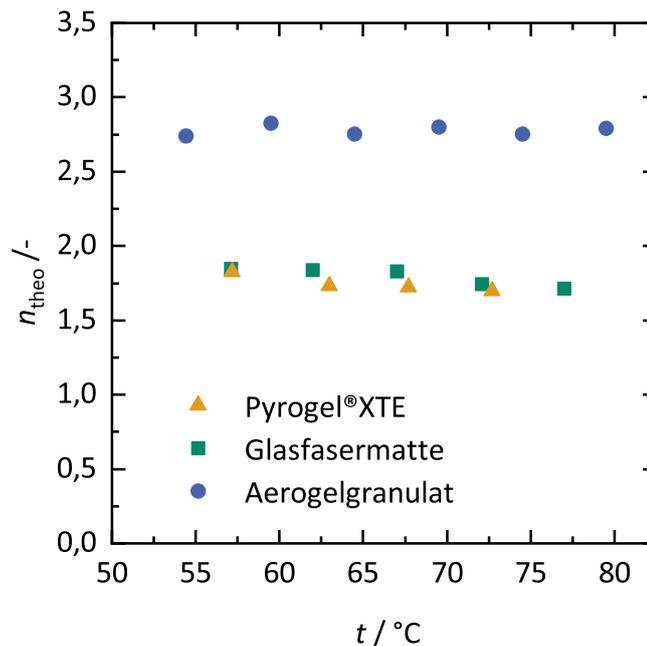


Abb. 10.16: Ergebnis der Wärmeverlustbestimmung in Abhängigkeit der Begleitbeheizungstemperaturdifferenz. Ergebnisse der Messungen für eine HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit 9 Windungen mit Reinstoffen mit der Siedetemperaturen t_{Siede} (vgl. auch Tabelle 9.3).

10.3.5 Flutpunkt

Die bisherigen Untersuchungen fokussierten sich auf den Referenzpunkt mit einem Verdampfermassenstrom von $\dot{m}_{\text{VD}} = 150 \text{ g h}^{-1}$ bzw. einem F -Faktor von $F = 0,05 \text{ Pa}^{0,5}$. Für praktische Anwendungen sind Erkenntnisse über die Trennleistungen im Bereich nahe des Flutpunktes unerlässlich, wie in Kapitel 4 anhand der Modellierungen und auch von Dercks et al.[81] dargelegt. Aus diesem Grund wurden für drei verschiedene Kanalhöhen (4 mm, 5 mm und 6 mm) die Trennleistungen bis zum Flutpunkt bestimmt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 10.17 illustriert. Wie in Kapitel 4 simuliert, nimmt die Trennleistung mit steigendem Massenstrom ab. Ab einem Verdampfermassenstrom von etwa 400 g h^{-1} war die Abnahme der Trennleistung geringer. So sank im Falle der HeliDist-Einheit mit 5 mm Kanalhöhe die Trennleistung bei einer Verdoppelung des

Massenstroms von 150 g h^{-1} auf einen Massenstrom von 320 g h^{-1} um etwa 45 % von etwa 4,5 auf 2,5 theoretische Trennstufen. Bei einer weiteren annähernden Verdoppelung des Verdampfermassenstroms auf 600 g h^{-1} reduziert sich die Trennleistung nur um etwa 20 % auf knapp 2 Trennstufen.

Über den gesamten untersuchten Bereich waren die erzielten Trennleistungen für die Kanalhöhen 5 mm und 6 mm bei einer Steigung von 5° ähnlich. Die Werte für 4 mm lagen sogar etwas unter den Werten für 5 und 6 mm. Diese Beobachtung deutet darauf hin, dass die Variation der Kanalhöhe bei gleicher Windungszahl einen vergleichsweise geringen Einfluss auf die Trennleistung hat. Diese Erkenntnisse stützen die im Abschnitt 4 vorgestellten Ergebnisse zur Modellierung. Dort wurde gezeigt, dass im helikalen Fall der Einfluss der Kanalhöhe durch die Sekundärströmung im Vergleich zur rein laminaren Strömung abnimmt.

Die Ergebnisse in Abbildung 10.17 für eine Verkippung um $+5^\circ$ Grad und ohne Verkippung um die Ausgangslage von 45° einer HeliDist-Einheit mit einer Ganghöhe von 6 mm verdeutlichen, dass mit zunehmender Gasbelastung der Einfluss der Verkippung auf die Trennleistung abnimmt. Bei einer Verkippung von 5° Grad beträgt die Trennleistung etwa 4,5 Stufen, im Vergleich dazu sind es ohne Verkippung nur 2,8 Stufen. Dagegen sind die Trennleistungen ab etwa 400 g h^{-1} bei einem Massenstrom nahezu identisch für beide Ausrichtungen. Dies unterstreicht die Annahme aus dem vorherigen Abschnitt, dass die Verbesserung der Trennleistung auf eine größere Oberfläche der Phasengrenzfläche bei einer Verkippung um 5° zurückzuführen ist. Bei höheren Massenströmen steigt die Filmhöhe an, und dies wird durch eine vollständigere Benetzung der Kanalflächen erreicht.

Erwartungsgemäß verschiebt sich der Flutpunkt mit zunehmender Kanalhöhe und damit größerer freier Querschnittsfläche des Kanals zu höheren Gasbelastungen. So trat bei einer Kanalhöhe von etwa 4 mm der Flutpunkt bei einem Verdampfermassenstrom von 350 g h^{-1} bis 400 g h^{-1} auf, während bei einer Kanalhöhe von 6 mm Verdampferleistungen von bis zu 700 g h^{-1} erreicht wurden. Es ist zu beachten, dass sich die angegebenen F-Faktoren auf den äußeren Rohrdurchmesser und nicht auf den tatsächlichen Kanalquerschnitt beziehen. Bezogen auf die tatsächliche Kanalquerschnittsfläche des helikalen Kanals, wie in der Tabelle 10.3 angegeben, sind die maximalen F-Faktoren etwa eine Größenordnung größer. Diese Werte liegen in einer typischen Größenordnung, wie sie auch für mikroverfahrenstechnische und klassische Packungskolonnen erreicht werden. Darüber hinaus bleiben die F-Faktoren relativ ähnlich mit einem Flutpunkt bei 1,6 für 4 mm und 2,0 für 5 und 6 mm Ganghöhe.

Tab. 10.3: Flutpunkte für unterschiedliche Kanalhöhen. Die Gasbelastung ist bezogen auf die Querschnittsfläche des Außenrohrs mit einem Durchmesser von 25 mm. Der zweite F-Faktor ist bezogen auf die Kanalfläche des einzelnen helikalen Kanals (vgl. hierzu auch Anhang A).

Kanalhöhe H_K / mm	$\dot{m}_{VD} / \text{g h}^{-1}$	F-Faktor bezogen auf Kanalquer- schnittsfläche $/ \text{Pa}^{0,5}$	F-Faktor bezogen auf Außendurchmesser $/ \text{Pa}^{0,5}$
6	720	2,0	0,24
5	600	2,0	0,20
4	375	1,6	0,13

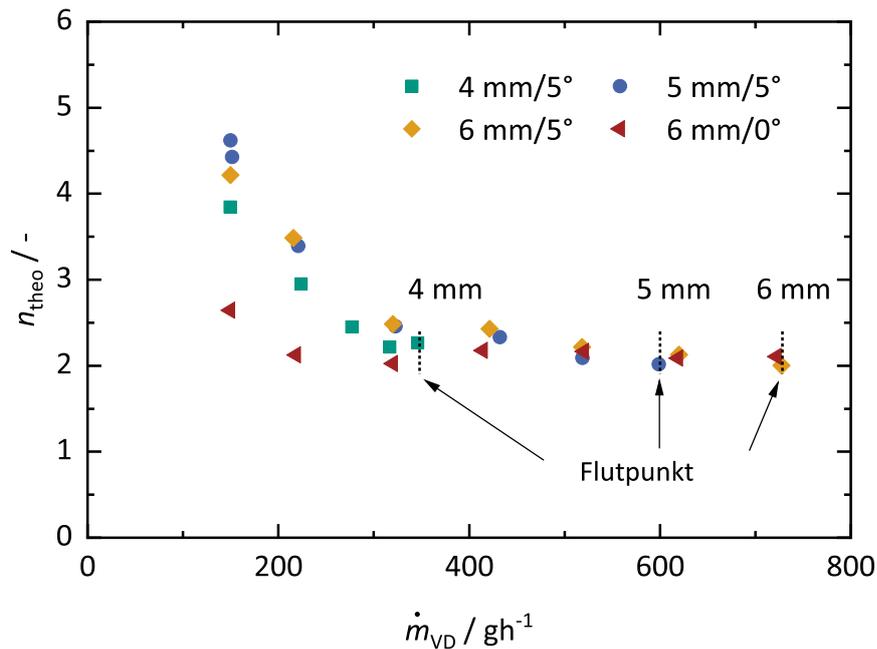


Abb. 10.17: Trennleistung der zweiten Generation der HeliDist-Einheit bis zum Flutpunkt für 12 Windungen bei variabler Ganghöhe bei einer Verkippung von 5°. Zum Vergleich sind die Werte einer HeliDist-Einheit mit einer Kanalhöhe von 6 mm ohne Verkippung dargestellt. Aufgrund des begrenzten Bauraumes sind bei einer Kanalhöhe von 6 mm maximal 9 Windungen möglich. Die Trennstufenzahl wurde daher durch lineare Extrapolation der gemessenen Werte bei 9 Windungen auf 12 Windungen ermittelt.

10.4 Kontinuierlicher Betrieb mit endlichem Rücklaufverhältnis

Um sicherzustellen, dass das HeliDist-Konzept in der Praxis erfolgreich angewendet werden kann, müssen die Apparate auch bei einem endlichem Rücklaufverhältnis betrieben werden können. Aus diesem Grund wurde eine Machbarkeitsstudie mit einer Apparatur der zweiten Anschlussgeneration mit einer Windungszahl von 8 durchgeführt, um das Anschlusskonzept zu verifizieren. Dabei wurde ein äquimolares Gemisch auf Höhe der vierten Windung mit einem Massenstrom von 40 g h^{-1} zugeführt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 10.18 und Tabelle 10.4 dargestellt. Die Anlage konnte dabei über mehrere Stunden stabil betrieben werden. Die Trennleistung von knapp zwei theoretischen Stufen entspricht den erwarteten Ergebnissen aus den Versuchen mit vollständigem Rücklauf (siehe auch Abbildung 10.5) und bestätigt somit die praktische Relevanz des Konzepts.

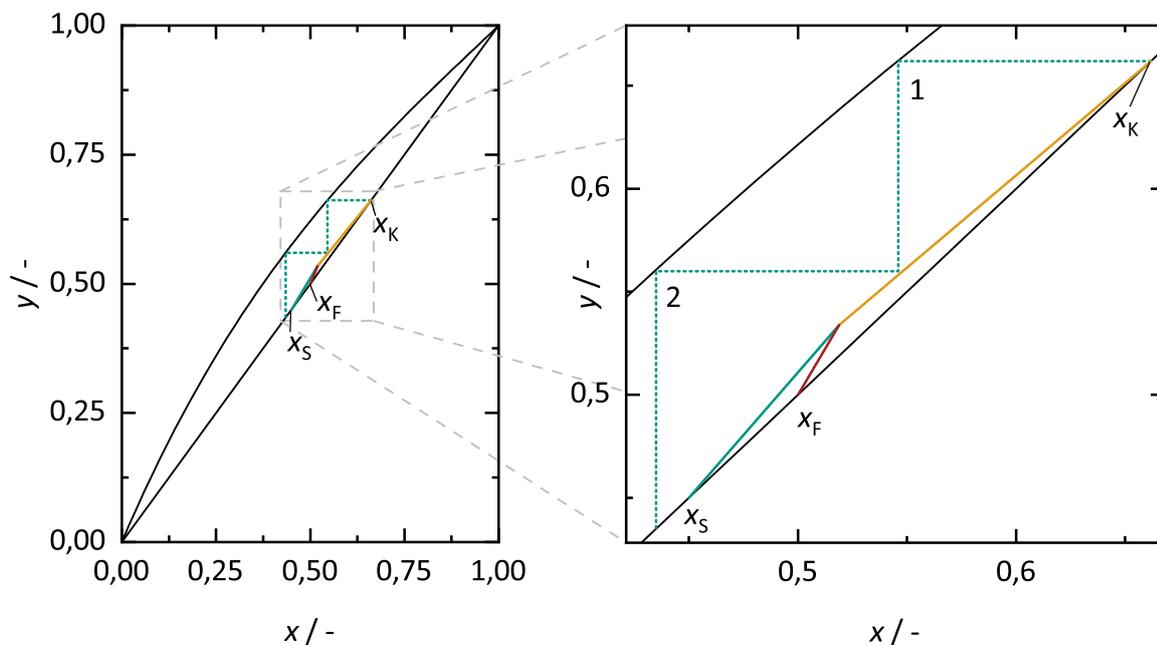


Abb. 10.18: Graphische Auswertung des kontinuierlichen Rektifikationsversuchs mit einer HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit acht Windungen, basierend auf der McCabe-Thiele-Methode. Rechts: Detailausschnitt des linken Diagramms. In Orange die Auftriebsgerade, in Blau die Abtriebsgerade und in Rot die Zufuhrgerade. In Grün sind die theoretischen Trennstufen eingezeichnet. Die Produktzufuhr erfolgte flüssig unterkühlt auf Höhe $n_W = 4$.

Tab. 10.4: Zusammensetzung und Massenströme der ein- und ausgehenden Ströme des Versuchs bei endlichem Rücklaufverhältnis. Die Verdampferleistung lag bei $\dot{m}_{VD} = 150 \text{ g h}^{-1}$ bzw. einem F -Faktor von $F = 0,05 \text{ Pa}^{0,5}$. Das Rücklaufverhältnis bezogen auf den Kondensatstrom am Kopf betrug $v = 8,6$. Verwendet wurde eine HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit $n_W = 8$ und $P = 5 \text{ mm}$. Feedzufuhr auf Höhe $n_W = 4$.

	Kopf	Sumpf	Feed
$x / -$	0,66	0,45	0,50
$\dot{m} / \text{g h}^{-1}$	10,3	27,6	40,0

10.5 Druckverlust

Insbesondere für die Vakuumdestillation ist der Druckverlust einer Destillationsapparatur ein kritischer Parameter. Daher wurden für ausgewählte HeliDist-Einheiten Untersuchungen zum Druckverlust durchgeführt. Die Messung erfolgte dabei analog zu den Messungen des Flüssigkeitsinhalts im heißen Zustand und ermöglichten so eine Aussage über die Zunahme des Druckverlust zum Referenzpunkt bei einem Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} . Für eine HeliDist-Einheit der zweiten Generation mit 12 Windungen und einer Kanalhöhe von 5 mm nahm der Druckverlust bei der Erhöhung des Verdampfermassenstroms von 150 g h^{-1} auf 450 g h^{-1} um etwa 6 mbar, wie in Abbildung 10.19 in Grün dargestellt ist, zu. Der Druckverlust ist im Vergleich zu kommerziellen Laborpackungen deutlich erhöht, so weist die Sulzer DX Laborkollonnenpackung bei ähnlichen F -Faktoren einen Druckverlust im Bereich von 1 mbar m^{-1} auf.

Ein Blick auf die Schnittzeichnung der Apparate, z. B. Abbildung 8.6, verdeutlicht, dass die Anschlüsse eine Engstelle darstellen. Daher wurden für eine HeliDist-Einheit der dritten Anschlussgeneration der Durchmesser dieser Anschlussleitungen von 2 mm auf 5 mm erhöht. Dadurch konnte der Druckverlust um den Faktor 5 reduziert werden (in Abbildung 10.19 rot dargestellt). Die gemessenen Druckverluste $\leq 1 \text{ mbar}$ lagen an der Messgrenze des Verfahrens. Zudem ist zu beachten, dass die verwendeten Pneumatiksteckverbinder weiterhin eine Engstelle für die Strömung darstellen und den Querschnitt dort auf etwa 2 mm verengen (siehe auch Abbildung J.1 im Anhang). Der geringe Einfluss des helikalen Kanals auf den Druckverlust ist auch im Vergleich mit einer HeliDist-Einheit mit einer Kanalhöhe von 4 mm zu erkennen, die gemessenen Werte für den relativen Druckverlust sind trotz des geringeren Kanalquerschnitts unter den Werten für die 5 mm HeliDist-Einheit. Generell ermöglichen die untersuchten helikalen Kanäle geringe Druckverluste in Übereinstimmung zu früheren Untersuchungen von Lecky und Erwin [85]. Für potenzielle zukünftige Vakuumanwendungen empfiehlt es sich daher, das Anschlusskonzept zu überarbeiten, um den Einfluss der Anschlüsse noch weiter zu minimieren.

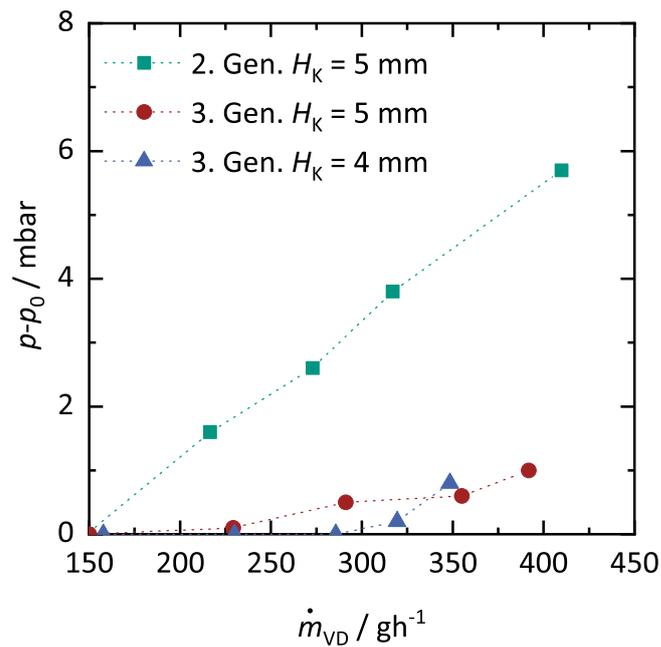


Abb. 10.19: Relativer Druckverlust bei Variation des Verdampfermassenstroms für das Testsystem Cyclohexan/n-Heptan. Jeweils für eine HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration und der dritten Anschlussgeneration mit zusätzlich von 2 mm auf 5 mm erweitertem Querschnitt der Zu- und Ableitungen. Anzahl der Windungen jeweils zwölf. Die Druckdifferenz bezieht sich dabei auf den gemessene Druck p_{ref} im Sumpf der HeliDist-Einheit bei einem Verdampfermassenstrom von $\dot{m}_{VD} = 150 \text{ g h}^{-1}$ bei gleichem Füllstand.

10.6 Einbauten zur Trennleistungssteigerung

Nach der Charakterisierung der HeliDist-Einheiten ohne Einbauten wurden die zwei Einbauten in den helikalen Kanal (Durchmischungselemente und regelmäßige Gitterstrukturen), die in Abschnitt 8.2.2 beschrieben sind, experimentell charakterisiert.

10.6.1 Senkrechte Durchmischungselemente

Die senkrecht zur Strömungsrichtung stehenden Durchmischungselemente (vgl. auch Abbildung 8.2) zeigten nur eine geringe Abhängigkeit der Trennleistung vom Einbauwinkel im Vergleich zu den HeliDist-Einheiten ohne Einbauten. Wie in Abbildung 10.20 rechts am Beispiel einer Einheit mit zwölf Windungen dargestellt, nahm die Trennleistung durch eine Verkippung von mindestens $\Delta\alpha_M = 2,5^\circ$ nur geringfügig von 3,0 auf etwa 3,4 theoretische Trennstufen zu. Es wird angenommen, dass dies auf die Unterbrechung der Strömung entlang der Seitenwände und der Decke des Kanals zurückzuführen ist. Zusätzliche Messungen an HeliDistUnits mit 4, 8 und 10 Windungen zeigten eine lineare Zunahme der Trennleistung um 0,22 theoretische Trennstufen pro Windung (siehe Abbildung 10.20 links). Die Einbauten konnten somit die Trennleistung nicht erhöhen, da der HETP-Wert pro Windung in etwa dem minimalen HETP-Wert der Apparate ohne Einbauten entsprach (vgl. auch Abschnitt 10.3.2). Die Flutungsneigung stieg erwartungsgemäß aufgrund der starken Strömungsbehinderung deutlich an, so dass es bereits ab einer Belastung von 220 g h^{-1} zu einem Fluten der Apparate kam.

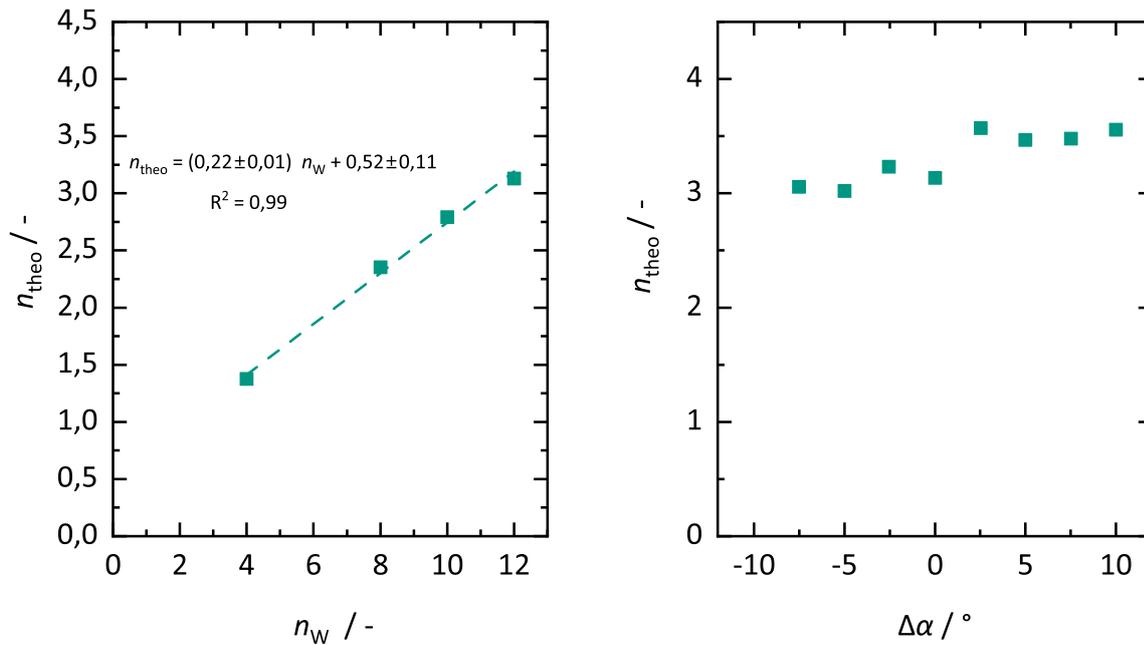


Abb. 10.20: Ermittelte Trennleistung für HeliDist-Einheit mit Durchmischungselementen. Werte jeweils bei einem F -Faktor von $F = 0,05 \text{ Pa}^{0,5}$. Links: In Abhängigkeit der Windungszahl. Rechts: In Abhängigkeit der Verkippung bei einer Windungszahl von 12.

10.6.2 Regelmäßige Gitterstrukturen

Als vielversprechenderes Konzept erwiesen sich dagegen die regelmäßigen Gitterstrukturen als Strömungsführung für die Flüssigkeit. In Abbildung 10.21 sind die Ergebnisse für Höhen von 0,25 mm, 0,75 mm und 1,25 mm an der Kanalbodenfläche bei einer Kanalhöhe von 5 mm und einer Windungszahl von 12 dargestellt. Die ermittelte Trennleistung war in allen Fällen höher als ohne die regelmäßigen Gitterstrukturen. So konnte die Trennstufenzahl bei einem Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} von etwa 4,5 auf etwa 6 theoretische Trennstufen gesteigert werden.

Die aus der Modellierung erwartete Abnahme der Trennleistung mit zunehmender Schichthöhe wurde nicht beobachtet. So waren keine signifikanten Unterschiede zwischen den drei Schichthöhen festzustellen. Der geringe Einfluss der Schichthöhe ist vermutlich auf die große Einheitszellengröße von 2 mm zurückzuführen, die verhindert, dass die Kapillarkraft ausreicht, um die Zwischenräume vollständig zu füllen. Die statischen Messungen des Flüssigkeitsinhalts aus Abschnitt 10.1 zeigen dies mit einem Füllgrad der Poren von nur etwa 23 %.

Auf den maximalen Verdampfermassenstrom (Flutpunkt) hatte die Höhe der regelmäßigen Gitterstruktur einen Einfluss, wenn auch der Einfluss insgesamt geringer als bei den senkrecht zur Strömungsrichtung stehenden Durchmischungselementen war. Betrachtet man Abbildung 10.21 so lag die maximale Belastung bei einer Höhe der

Gitterstruktur von 1,25 mm bei etwa 400 g h^{-1} im Vergleich zu 600 g h^{-1} ohne Gitterstruktur. Die Abnahme der Trennleistung entspricht etwa der Abnahme, die durch die Verringerung des freien Kanalquerschnitts zu erwarten war. So entspricht der maximale Verdampfermassenstrom 400 g h^{-1} etwa dem Flutpunkt für eine HeliDist-Einheit mit einer Kanalhöhe von 4 mm ohne Gitterstruktur. Bei einer Schichthöhe von 0,25 mm und 0,75 mm war der Flutpunkt entsprechend höher bei 500 g h^{-1} . Somit sind geringere Höhen der regelmäßigen Gitterstruktur deutlich vorteilhafter.

Gleichzeitig konnte keine Abhängigkeit vom Montagewinkel beobachtet werden. Die erzielten Trennleistungen für eine Montage mit einer Verkipfung von 5° (offene Symbole) und 0° (geschlossene Symbole) in Abbildung 10.21 sind nahezu identisch. Dies bestätigt die erwartete bessere Verteilung der Flüssigkeit durch die regelmäßige Gitterstruktur. Dieses Ergebnis ist für die praktische Anwendbarkeit der HeliDist-Einheiten entscheidend, da zum einen die Montage vereinfacht wird und zum anderen ein stabilerer Betrieb unter schwankenden Bedingungen zu erwarten ist.

Die Trennleistung konnte signifikant verbessert werden, indem eine Schicht auf allen Kanalflächen mit einer Höhe von 0,625 mm (entsprechend einer Schichthöhe von 1,25 mm auf der Kanalbodenfläche) angebracht wurde, wie in Abbildung 10.22 und Tabelle 10.5 dargestellt. Diese Maßnahme führte zu einer Steigerung der Trennleistung um 30 % bis 45 % im Vergleich zur Anbringung der Schicht nur auf dem Kanalboden. Die Ergebnisse wurden sowohl mit 12 als auch mit 20 Windungen überprüft und bestätigt. Im Fall von 20 Windungen konnten über 10 theoretische Trennstufen in einer HeliDist-Einheit erreicht werden. Der dabei erzielte minimale HETP-Wert beträgt lediglich 10 mm. Die ebenfalls in Abbildung 10.22 dargestellten Werte für eine Kanalhöhe von nur 4 mm zeigen, dass die erzielte Trennleistung bei gleicher Windungszahl sich bei 4 und 5 mm nicht unterscheiden. Dies bestätigt den schon bei den HeliDist-Einheiten beobachteten geringen Einfluss der Kanalhöhe auf die Trennleistung pro Windung. Durch die geringere Kanalhöhe konnte der HETP-Wert auf nur noch 7 mm bei einem Verdampfermassenstrom von 156 g h^{-1} bzw. 6 mm bei einem Verdampfermassenstrom von 126 g h^{-1} gesenkt werden. Es sei darauf hingewiesen, dass durch die geringere Kanalhöhe der Flutpunkt bereits bei einem vergleichsweise niedrigen Verdampfermassenstrom von 220 g h^{-1} erreicht wurde.

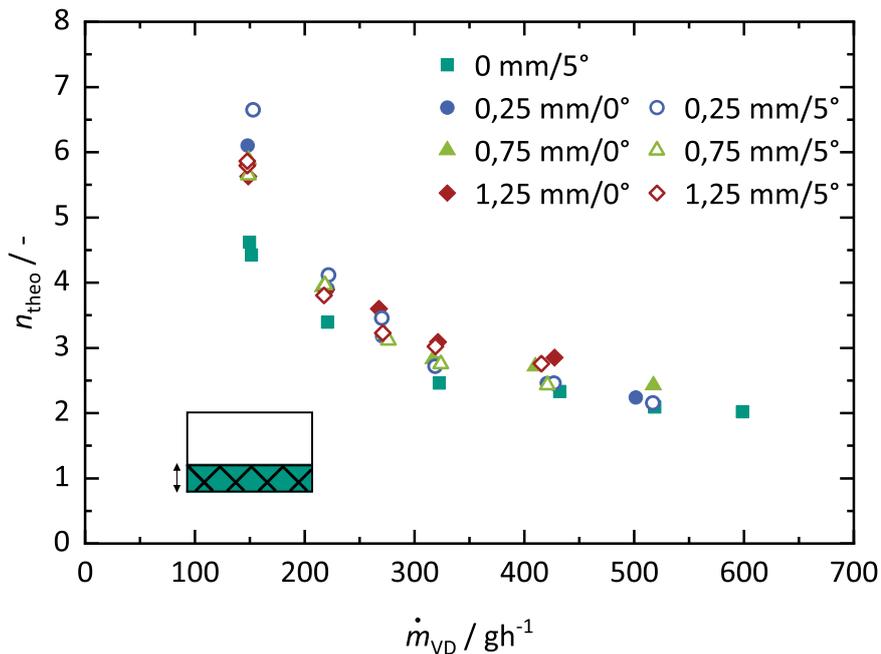


Abb. 10.21: Experimentell bestimmte theoretische Trennstufenzahl für HeliDist-Einheiten der zweiten Anschlussgeneration mit jeweils $n_{\text{W}} = 12$ und $P = 5$ mm und mit einer regelmäßigen Gitterstruktur am Kanalboden von $H_{\text{RG}} = 0,25$ mm, 0,75 mm und 1,25 mm. Volle Symbole bezeichnen dabei Messwerte für eine Montage mit einer Verkipfung von $\Delta\alpha_{\text{M}} = 5^\circ$ und offene für eine Montage mit $\Delta\alpha_{\text{M}} = 0^\circ$. Die Gitterstruktur hat eine Einheitszellengröße von 2 mm (vgl. hierzu auch Kapitel 8.2.2). Die Vergleichswerte für den Fall ohne Gitterstruktur beziehen sich auf eine Verkipfung von $\Delta\alpha_{\text{M}} = 5^\circ$.

Tab. 10.5: Experimentell bestimmte Trennleistung für eine HeliDist-Einheit der dritten Anschlussgeneration mit einer Windungszahl von 20 für das Testsystem Cyclohexan/n-Heptan. Der F-Faktor ist auf die Querschnittsfläche des Außenrohres (Durchmesser 25 mm) bezogen. Die verwendete Gitterstruktur hatte eine Einheitszellengröße von 2 mm und eine Höhe von 0,625 mm und war an allen Seiten des Kanals angebracht.

F-Faktor / $\text{Pa}^{0,5}$	$\dot{m}_{\text{VD}} \text{ g h}^{-1}$	$n_{\text{theo}} / -$	$n_{\text{theo,W}} / -$	HETP / mm
0,05	157	10,1	0,50	10
0,08	228	8,5	0,42	12
0,10	286	7,4	0,37	14
0,12	346	6,6	0,33	15

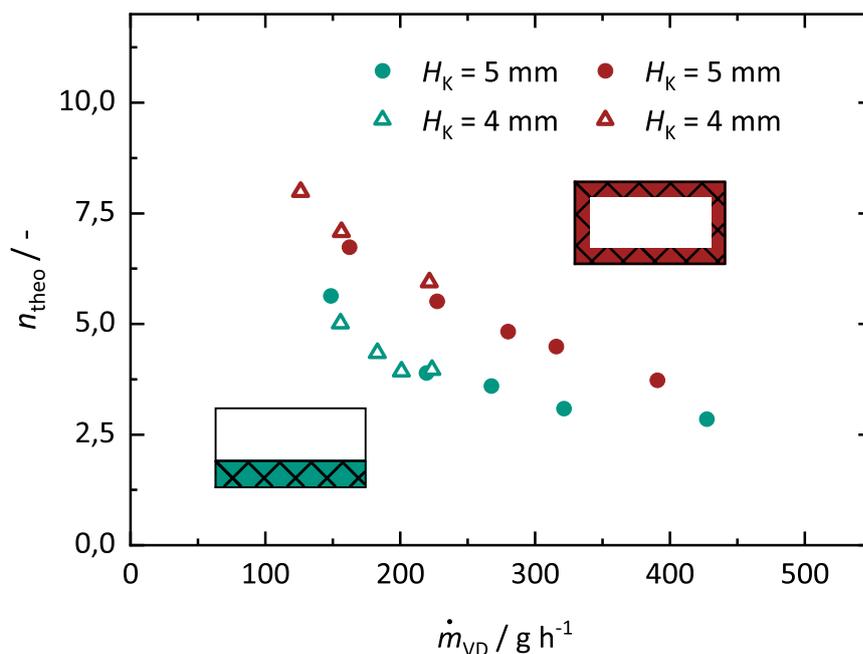


Abb. 10.22: Vergleich der experimentell bestimmten theoretische Trennstufenzahl für eine HeliDist-Einheit der dritten Anschlussgeneration mit jeweils 12 Windungen und unterschiedlicher Position der regelmäßigen Gitterstruktur für eine Kanalhöhe von 4 mm und 5 mm. Die regelmäßige Gitterstruktur hatte eine Einheitszellengröße von 2 mm und eine Höhe von 1,25 mm (nur am Kanalboden) bzw. 0,625 mm (allseitig).

10.7 Vergleich der experimentellen Ergebnisse mit dem hydrodynamischen Analogiemodell (HA-Modell)

Die bisherigen experimentellen Ergebnisse sind in Übereinstimmung mit den erwarteten Trends aus der modellgestützten Auslegung in Kapitel 3 und 4. Zur genauen Validierung des Modells wurden Vergleichsrechnungen zu den experimentellen Messpunkten durchgeführt. Durch die Neigung der Schraubenlinie von 45° unterscheiden sich die Querschnittsflächen und die Kanalbodenflächen von denen eines vertikal ausgerichteten helikalen Kanals. Um diesen Effekt zu berücksichtigen, wurden Kanalbreite und -länge jeweils um den Faktor 1,192 angepasst (vgl. hierzu auch Anhang A). Um die Rechenzeiten zu verkürzen, wurden, wie in Abschnitt 4 beschrieben, jeweils 1,0 und 1,5 Windungen modelliert. Aus der Differenz der theoretischen Trennstufenzahl wurde die Trennleistung für 12 Windungen linear extrapoliert.

Ein Vergleich der experimentell ermittelten theoretischen Trennstufenzahlen mit den unter Annahme des laminaren Strömungsmodells für eine Spaltströmung berechneten Werten für die untersuchten Kanalhöhen von 4, 5 und 6 mm ergab, dass das laminare

Strömungsmodell die theoretischen Trennstufenzahlen um mindestens eine Größenordnung unterschätzt.

Dagegen ist die Übereinstimmung für die Annahme der Grenzschichtströmung (GS) deutlich besser und bestätigt damit auch die erwartete Erhöhung der Trennleistung durch die Sekundärströmung. Die Ergebnisse des Vergleichs zwischen modellierten und experimentellen Werten für das GS-Modell sind in Abbildung 10.23 als Paritätsplot dargestellt. Insbesondere für die praktisch relevanten größeren Massenströme liegt die Abweichung zwischen Experiment und Modell bei einer Kanalhöhe von 5 und 6 mm unter 30 %. Dies ist vergleichbar mit den Abweichungen der HA-Modelle in der Literatur für Packungskolonnen [112]. Diese Ergebnisse sind besonders bemerkenswert, da die Strömungsverhältnisse in den helikalen Kanälen aufgrund der starken Sekundärströmungen wesentlich komplexer sind als bei konventionellen Packungen. Zudem basiert das GS-Modell auf analytischen Überlegungen und verzichtet auf Faktoren wie die turbulente Viskosität, die bei der Modellierung von Packungen aus CFD-Simulationen bestimmt wurden.

Für eine Kanalhöhe von 4 mm sind die Abweichungen größer und das Modell überschätzt die Trennleistung um 40 % bis 50 %. Dies kann zumindest teilweise damit erklärt werden, dass Abweichung und Unsicherheit der experimentellen Werte bei geringen Verdampfermassenströmen, insbesondere aufgrund des stärkeren Einflusses von Winkelabweichungen, höher ist. Die relative Abweichung vom Modell bleibt jedoch für verschiedene Betriebspunkte relativ konstant, was darauf hinweist, dass die grundlegenden physikalischen Prinzipien korrekt erfasst wurden. Möglicherweise wird die benetzte Fläche oder Querschnittsfläche im Modell überschätzt.

Auf einen direkten Vergleich mit Gitterstrukturen wurde verzichtet, da die experimentellen Ergebnisse zeigen, dass keine Abhängigkeit – wie in der Modellierung – von der Schichthöhe besteht. Zukünftige Untersuchungen mit feineren Gitterstrukturen wären notwendig, um festzustellen, ob diese Unabhängigkeit auch dann besteht oder ob sie auf die relativ große verwendete Gittereinheitszellengröße von 2 mm zurückzuführen ist, da aufgrund der geringeren Kapillarkraft die Zwischenräume nur unvollständig mit Flüssigkeit gefüllt waren. Basierend auf diesen Ergebnissen könnte dann das Modell entsprechend angepasst werden.

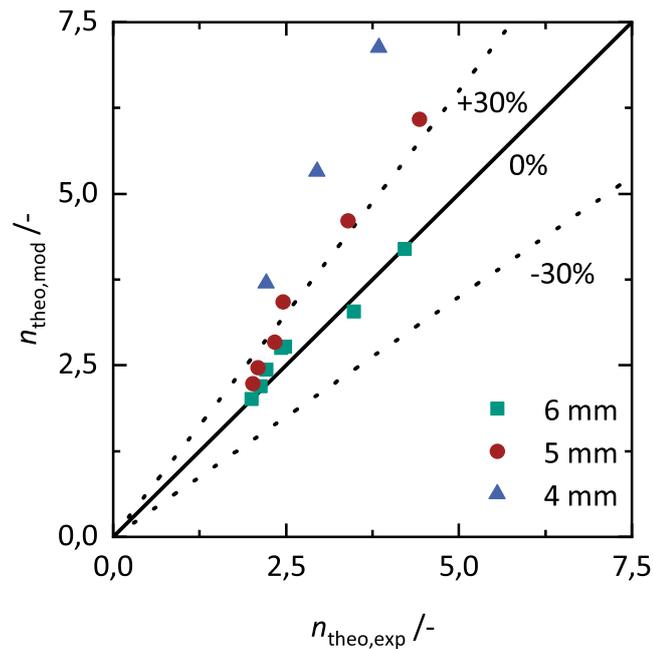


Abb. 10.23: Vergleich der modellierten Trennstufenanzahl mit der experimentell bestimmten Trennstufenanzahl aus Abbildung 10.17. Die Werte sind jeweils auf eine Anzahl von 12 Windungen bezogen. Es wurde das HA-Modell mit dem laminaren GS-Modell berechnet. Aus der Differenz der theoretischen Trennstufenanzahl für eine Windungszahl von 1,0 und 1,5 wurden die Werte linear extrapoliert (vgl. dazu auch Abschnitt 4).

10.8 Vergleich der Ergebnisse mit der Literatur und kommerziellen Kolonnen

Die experimentellen Ergebnisse erlauben den Vergleich mit den bisher in der Literatur beschriebenen (Mikro-)Destillationsapparaturen. Wie bereits im Abschnitt 2.2.5 erläutert, kann die volumetrische Trennstufenzahl $n_{\text{theo,V}}$ in Abhängigkeit des Durchsatzes als Vergleichsgröße verwendet werden. In Abbildung 10.24 sind nun die experimentell ermittelten Werte für die HeliDist-Einheiten im Vergleich zu den Literaturwerten aus Abschnitt 2.2.5 aufgetragen. Um eine übersichtlichere Darstellung zu erreichen, wurden nur die Ergebnisse der HeliDist-Einheiten mit regelmäßigen Gitterstrukturen an allen Kanalwänden und ohne Einbauten dargestellt. Es zeigt sich, dass die Werte von Podbielniak und auch der kommerziellen (Labor-) Packungen mit den HeliDist-Einheiten nicht erreicht wurden. Der Vergleich der Apparate mit und ohne Einbauten illustriert jedoch, dass die volumetrische Trennstufenzahl deutlich mit den regelmäßigen Gitterstrukturen gesteigert werden konnte. Dies zeigt das Potenzial solcher Strukturen auf, welches durch weitere Untersuchungen vermutlich noch weiter genutzt werden könnte. Weiterhin ist an dieser Stelle nochmals darauf hinzuweisen, dass bei Podbielniak [86] bzw. Krell [88] nicht alle geometrischen Daten für deren Apparate angegeben wurden, insbesondere

fehlen Angaben zur Kanalhöhe und zum Innenrohrdurchmesser. Zum anderen waren die Wände dort nicht dicht, sondern porös, so dass der Stofftransport von beiden Seiten erfolgen konnte. Dies könnte in zukünftigen Studien näher untersucht werden. Mit den Daten aus dem Kapitel 7 stehen bereits Parameter für die Herstellung solcher Wände zur Verfügung.

Für dezentrale Anwendungen ist jedoch nicht nur das Apparatevolumen ein entscheidendes Maß, darüber hinaus ist z. B. bei containerbasierten Anlagen die Höhenausdehnung kritischer als die Flächenausdehnung. Mit einem minimalen HETP-Wert von nur 6 mm wurden hier bessere Ergebnisse erzielt als mit den in der Literatur beschriebenen Apparaturen. So lagen die niedrigsten HETP-Werte im Kapitel 2 in der Größenordnung von 10 mm. Hier könnte der im Vergleich niedrige HETP-Wert bereits bei dieser Apparategeneration einen Vorteil ausspielen, da die notwendige Höhe deutlich reduziert wird. Aufgrund des geringeren Durchsatzes ist für die Anwendung eine Parallelschaltung mehrerer HeliDist-Einheiten erforderlich. So werden je nach Rücklaufverhältnis für die Trennung von 1 L h^{-1} Produktstrom mindestens ca. 3-5 parallele HeliDist-Einheiten benötigt.

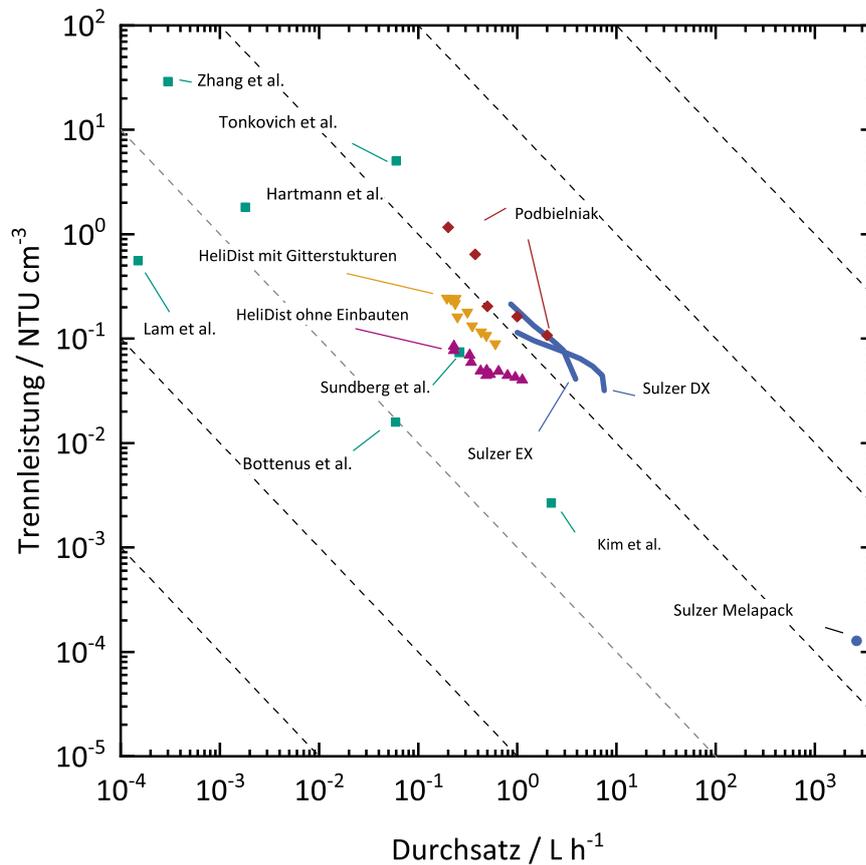


Abb. 10.24: Vergleich der experimentell bestimmten Trennleistung für die HeliDist-Einheiten mit verschiedenen Destillations- und Rektifikationsapparaturen hinsichtlich ihrer volumetrischen Trenneffizienz (Gleichung 2.14). Die diagonalen Linien zeigen den Einfluss des Numbering-ups auf diesen Faktor nach Gleichung 2.15. Daten aus Zhang et al. [100], Tonkovich et al. [55, 67, 68], Hartmann et al. [96], Podbielniak [86], Sundberg et al. [77], Bottenus et al. [76], Sulzer [54], Kim et al. [70].

10.9 Ausblick auf die Anwendung der HeliDist-Einheiten für die offshore Methanolrektifikation

Zukünftig soll, ausgehend von der vorliegenden Arbeit, im Rahmen der öffentlich geförderten „H₂Mare“-Projekte [230] die HeliDist-Einheiten genutzt und weiterentwickelt werden, um Methanol off-shore in containerbasierten Anlagen aufzuarbeiten. Im Vergleich zum Testgemisch Cyclohexan/n-Heptan unterscheidet sich das Gemisch Methanol-/Wasser deutlich in seinen Stoffeigenschaften. In Tabelle 10.6 werden einige wichtige Stoffgrößen der beiden Systeme gegenübergestellt. So ist die molare Verdampfungsenthalpie von Wasser etwa 15 % höher als die von Methanol. Zudem zeigt Wasser aufgrund seiner höheren Oberflächenspannung und Polarität ein anderes Benetzungsverhalten, welches in Anhang G detailliert dargestellt wird. Daher muss die Eignung der HeliDist-Einheiten für wässrige Systeme experimentell überprüft werden. Hier werden nun die ersten experimentellen Ergebnisse der ersten Machbarkeitstudien dargestellt, um die Herausforderungen und die grundlegende Eignung aufzuzeigen.

In Tabelle 10.7 sind die Ergebnisse dieser Versuche dargestellt. Bezogen auf den Massenstrom war bei einer Kanalhöhe von 5 mm ein stabiler Betrieb nur bis etwa $\dot{m}_{VD} = 220 \text{ g h}^{-1}$ möglich. Dies liegt an der deutlich geringeren Molmasse von Wasser im Vergleich zu Methanol und insbesondere zu Cyclohexan/n-Heptan (vgl. auch Tabelle 10.6). Dies führt bei gleichem Gasmassenstrom zu einer deutlich höheren Gasbelastung. Geht man vereinfachend von idealen Gasen aus, so ergibt sich aus Gleichung 10.3 das Verhältnis der F -Faktoren:

$$\frac{F_A}{F_B} = \frac{\dot{m}_A}{\dot{m}_B} \cdot \frac{\sqrt{M_B}}{\sqrt{M_A}}. \quad (10.3)$$

Mit dieser Beziehung unterscheiden sich die F -Faktoren zwischen reinem Wasser und Cyclohexan/Heptan-Gemisch bei gleichem Verdampfermassenstrom um etwa den Faktor 2,2. Somit ergibt sich ein maximaler Verdampfermassenstrom mit den Ergebnissen aus Abschnitt 10.3.5 für den Flutpunkt der HeliDist-Einheiten ohne Einbauten und einer Kanalhöhe von 5 mm von etwa $\dot{m}_{VD} = 225 \text{ g h}^{-1}$ bis 250 g h^{-1} . Dieser errechnete Wert ist in guter Übereinstimmung mit den experimentell beobachteten Flutpunkten für das System Wasser/Methanol bei etwa 220 g h^{-1} . Unter Beachtung dieser Eigenschaft zeigt sich, dass die erzielten Trennleistungen im Wasser/Methanol-System sogar höher sind als bei dem Cyclohexan/n-Heptan-Gemisch. So wurde im Vergleich am Flutpunkt eine höhere Trennleistung von 3,6 theoretischen Trennstufen im Vergleich zu 2,0 theoretischen Trennstufen bei Cyclohexan/n-Heptan (vgl. auch Abbildung 10.17) mit einer Windungszahl von 12 bestimmt. Möglicherweise ist dies auf das andere Benetzungsverhalten zurückzuführen. Der Versuch mit der HeliDist-Einheit mit Gitterstrukturen verdeutlicht eine

Tab. 10.6: Stoffdaten der untersuchten Testsysteme Cyclohexan/n-Heptan und Methanol/Wasser im Vergleich. Stoffdaten aus [113]. Oberflächenspannung bei $t = 20\text{ }^\circ\text{C}$.

Stoff	Siedepunkt / $^\circ\text{C}$	molare Verdampfungs- enthalpie / kJ mol^{-1}	Molmasse / g mol^{-1}	Oberflächen- spannung / mN m^{-1}
Methanol	64,5	35,31	32,04	22,4
Wasser	100,0	40,66	18,02	77,8
Cyclohexan	80,7	29,97	100,2	27,7
n-Heptan	80,4	31,74	84,16	20,3

Herausforderung des Stoffsystems. Die verwendete Infrarot (IR)-Analyse erlaubt nur eine Bestimmung der Zusammensetzung mit einer Abweichung von etwa 0,2 mol %. Aufgrund der hohen relativen Flüchtigkeit von Wasser und Methanol in Kombination mit der hohen Trennleistung der HeliDist-Einheiten wurden die Proben nahezu vollständig aufgetrennt. Daher ist für dieses Testsystem eine genauere Methode notwendig, um die theoretische Trennstufenzahl genau zu bestimmen.

Insgesamt zeigt sich aber, dass die Strukturen auch die Auftrennung von wässrigen Systemen ermöglichen. Für die praktische Anwendung ist es jedoch entscheidend, den Durchsatz zu erhöhen. Dies könnte z. B. durch die Erhöhung der Kanalhöhe ermöglicht werden. Ein anderer vielversprechender Ansatz ist der Einsatz von feinporigeren Gitterstrukturen. Durch die höheren Kapillarkräfte infolge der höheren Oberflächenspannung könnte der Flüssigkeitsmitriss verringert werden. Hierbei ist es wichtig, durch geschickte Wahl der Belichtungsparameter die Porengröße bei gleichbleibender Porosität zu senken (vgl. auch Abschnitt 8.2.2).

Tab. 10.7: Ausgewählte Ergebnisse der Bestimmung mit Methanol/Wasser. Jeweils bei einem Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} . Die untersuchten HeliDist-Einheiten hatten eine Kanalhöhe von $H_K = 5\text{ mm}$.

Windungszahl	Dampfermassenstrom / g h^{-1}	$n_{\text{theo}} / -$
4	149	2,0
4	219	2,2
12	147	3,6
12	221	3,7
12 + Gitterstruktur	150	>3,7*

* Die Bestimmung der Trennleistung war aufgrund der hohen theoretischen Stufenzahl nicht möglich, da die Methanolkonzentration im Sumpf kleiner als die Nachweisgrenze war.

Kurzzusammenfassung des Kapitels

Im vorliegenden Kapitel wurden die Ergebnisse der verfahrenstechnischen Charakterisierung der HeliDist-Einheiten präsentiert. Nach dem erfolgreichen Nachweis der grundlegenden Funktionsweise des HeliDist-Konzepts an verschiedenen Apparaten mit Kanalhöhen im Bereich von 5 mm bis 8 mm, wurden mehrere Apparate gekoppelt und eingesetzt, um die Trennleistung zu optimieren. Die Ergebnisse zeigen, dass die Trennleistung in einem linearen Verhältnis zur Anzahl der Windungen steht, was auf die helikale Struktur zurückzuführen ist. Unterschiedliche Betriebszustände wurden identifiziert. Durch eine genaue Analyse wurden diese auf eine Winkelabhängigkeit zurückgeführt. Die höchste Trennleistung wurde bei einem Winkel von 5° erreicht, wobei die Trennleistung mit einer Trennstufenhöhe von $HETP = 14 \text{ mm}$ und einer Belastung von $0,05 \text{ Pa}^{0,5}$ am höchsten war. Dieses Optimum konnte auf eine bessere Flüssigkeitsverteilung und Durchmischung zurückgeführt werden, die durch die Strömungsvisualisierung in einer kalten und transparenten Kolonne nachgewiesen wurde. Hinsichtlich der maximalen Belastung ergab sich ein Zusammenhang mit der Kanalhöhe.

Der Vergleich der experimentellen Ergebnisse mit den modellierten Ergebnissen ergab eine gute Übereinstimmung bei Kanalhöhen von 5 mm und 6 mm. Bei höheren Gasbelastungen trat jedoch eine Abweichung von mehr als 30 % auf, wobei der Einfluss der Kanalhöhe überschätzt wurde.

Die Möglichkeit, regelmäßige Gitterstrukturen als Schicht zur Führung der Flüssigkeit direkt in die Kanäle einzubringen, erwies sich als sehr vielversprechend. So konnten regelmäßige Gitterstrukturen mit einer Schichthöhe von 0,625 mm an allen Kanalwänden die Trennleistung um bis zu 50 % im Vergleich zu Apparaten ohne diese Einbauten steigern. Hierdurch wurden Trennleistungen von nur 6 mm pro theoretischer Trennstufe bei einer HeliDist-Einheit mit einer Ganghöhe von 4 mm möglich.

11.1 Zusammenfassung

Diese Arbeit beschreibt die erfolgreiche Entwicklung additiv gefertigter, modularer, mikrostrukturierter Rektifikationsapparaturen mit helikaler Strömungsführung. Dabei konnte die additive Fertigung als Verfahren zur Herstellung von mikroverfahrenstechnischen Apparaten etabliert werden.

Die Arbeit gliedert sich in die Bereiche Konzeptfindung, Konstruktion und Fertigung, mathematische Modellierung und verfahrenstechnische Charakterisierung. Die Hauptkenntnisse der Arbeit sind im Folgenden zusammengefasst.

Eine gründliche Literaturrecherche im Hinblick auf bereits bekannte Konzepte für die Mikrorektifikation zeigt, dass helikale Rektifikationsapparaturen im Vergleich zu anderen Konzepten hinsichtlich ihrer Trennleistung, ihres Durchsatzes sowie ihres Apparatévolumens besonders vorteilhaft sind. Obwohl dieses Apparatekonzept bereits seit Mitte des letzten Jahrhunderts bekannt ist, konnte es sich aufgrund des hohen Fertigungsaufwands sowie der damit verbundenen hohen Kosten nicht durchsetzen. Die neuen Möglichkeiten der additiven Fertigung erlauben es nun, die Apparate effizient zu fertigen.

Die Modellierung der Flüssigkeitsströmung ergibt wichtige Ergebnisse zur Auslegung der Rektifikationsapparatur. Bei höheren Flüssigkeitsbelastungen fließt diese von der Zentrifugalkraft getrieben hauptsächlich außen und der deutlich längere Laufweg wird durch die höhere Geschwindigkeit überkompensiert. Für eine geringe Filmhöhe und gleichmäßige Flüssigkeitsverteilung sollte daher der Kanal möglichst breit sein. Gleichzeitig sollte die Kurzschlussströmung im Inneren der Helix entlang der vertikalen Achse durch eine innere Begrenzung vermieden werden.

Auf die Flüssigkeitsströmungsmodellierung aufbauend wurde das Konzept der hydrodynamischen Analogie erfolgreich auf die helikale Rektifikationsapparatur angewandt. Der Einfluss der Sekundärströmung in der Gasphase wurde mit Hilfe ortsabhängiger Dispersionskoeffizienten berechnet. Die Modellierungsergebnisse zeigen, dass durch die Sekundärströmung die modellierte Trennleistung um etwa den Faktor vier im Vergleich zum Vergleichsfall einer laminaren Spaltströmung erhöht werden kann. Eine Parameterstudie ergab, dass die Kanalhöhe und die Gasbelastung kritische Einflussfaktoren sind. Eine zusätzliche Durchmischung der Gas- und Flüssigphase durch Einbauten ist nach der Modellierung vorteilhaft.

Durch die Parameteroptimierung für die Fertigung von dünnwandigen, gasdichten Bauteilen mit überhängenden Flächen mittels des PBF-LB/M-Verfahrens wurde das Verfahren für den Einsatz in der Verfahrenstechnik erweitert und die Grundlage für die Fertigung der Apparate gelegt. Mithilfe der statistischen Versuchsplanung wurde das geeignete Prozessfenster für den Spurabstand, die Lasergeschwindigkeit und die Laserleistung ermittelt. Es wurde anhand von Probekörpern erfolgreich nachgewiesen, dass es trotz der geringen Fehlertoleranz möglich ist, gasdichte Wände mit einer Wandstärke von weniger als $s < 300 \mu\text{m}$ und einem Überhangwinkel von 30° mithilfe des PBF-LB/M-Verfahrens herzustellen. Die Gewährleistung einer hohen Reproduzierbarkeit des Prozesses stellt den entscheidenden Faktor für die sichere Anwendung in der Verfahrenstechnik dar.

Die Entwürfe für die zwei Fertigungsverfahren (PBF-LB/M- und BJT/M-Verfahren) zeigen den Einfluss, den das gewählte additive Fertigungsverfahren auf die Gestalt der Apparatur hat. Die Vor- und Nachteile der beiden Verfahren wurden anhand des Design- und Fertigungsprozesses verdeutlicht. Beim PBF-LB/M-Verfahren stellt die Fertigung von überhängenden Flächen eine Herausforderung dar, weshalb die helikalen Kanäle geneigt gefertigt und aufgebaut werden mussten. Beim BJT/M-Verfahren liegt der kritische Schritt nicht im eigentlichen Druck, sondern in der Entpulverung und dem Sinterschritt. Das PBF-LB/M-Verfahren ist sowohl in Bezug auf Fertigungszeit als auch Kosten überlegen. Es können bis zu 9 verschiedene HeliDist-Einheiten innerhalb von 72 h gefertigt werden. Mit Herstellungskosten von etwa 120 Euro pro Modul lagen diese im Bereich des Verkaufspreises kommerzieller Laborpackungen, wodurch das Potenzial für die wettbewerbsfähige Fertigung von mikrostrukturierten Rektifikationsapparaturen bzw. mikroverfahrenstechnischen Apparaten im Allgemeinen demonstriert wurde.

Es wurde ein Teststand zur schnellen Charakterisierung verschiedener Apparate aufgebaut. Dieser ermöglicht die detaillierte Bestimmung der Massen- und Wärmeströme am Kopf und Sumpf der Apparate sowie schnelle Wechsel zwischen verschiedenen Apparaten. In Zusammenspiel mit der fertigungsgerechten Gestalt konnten insgesamt über 50 verschiedene Apparate experimentell charakterisiert werden. Dies unterstreicht das enorme Potenzial für die Apparateentwicklung der additiven Fertigung und ermöglicht schnelle Design-Test-Zyklen.

Zur generellen Überprüfung des Wirkprinzips wurden Apparate mit unterschiedlicher Kanalhöhe gefertigt und die theoretische Trennstufenzahl mit dem Testsystem Cyclohexan/n-Heptan bei unendlichem Rücklauf bestimmt. Es zeigte sich eine lineare Abhängigkeit von der Anzahl der Windungen. Dies beweist, dass die Trennwirkung von der Kanalwindungszahl bestimmt wird und nicht von Einlaufeffekten. Bei den Versuchen ohne Einbauten wurden Trennleistungen von bis zu 14 Millimeter pro theoretischer Trennstufe erreicht. Zudem wurde eine Winkelabhängigkeit identifiziert. Durch eine leichte Verkippung der HeliDist-Einheiten konnte die Trennleistungen bei geringen Belastungen gesteigert werden. Die Möglichkeit, regelmäßige Gitterstrukturen als Schicht zur Führung der

Flüssigkeit direkt in die Kanäle einzubringen, erwies sich als sehr vielversprechend. So konnten regelmäßige Gitterstrukturen mit einer Schichthöhe von 0,625 mm an allen Kanalwänden die Trennleistung um bis zu 50 % im Vergleich zu Apparaten ohne diese Einbauten steigern. Hierdurch wurden Trennleistungen von nur 6 mm pro theoretischer Trennstufe bei einer HeliDist-Einheit mit einer Ganghöhe von 4 mm möglich. Gleichzeitig konnte der Effekt von Montageabweichungen deutlich reduziert werden.

Erste Versuche zeigten auch die Anwendbarkeit des HeliDist-Konzeptes für das Methanol-Wasser-System. Unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Stoffeigenschaften sind die erzielten Trennleistungen bei gleichen Gasbelastungen vergleichbar. Das Konzept ist somit für den Einsatz in der Methanol-Wasser-Rektifikation geeignet und soll zukünftig im Rahmen der „H₂Mare“-Projekte weiter untersucht werden.

Zusammenfassend ist diese Arbeit ein Schritt hin zur Anwendung von modularen, mikrostrukturierten Rektifikationsapparaturen. Die Verwendung der AM-Technologie eröffnet neue Möglichkeiten für die Fertigung von Mikrostrukturen und trägt zur Steigerung der Effizienz und Flexibilität von modularen Anlagen bei.

11.2 Ausblick

Aus diesen Erkenntnissen ergeben sich nun neue Forschungsfragen und Ansätze zur Weiterentwicklung der HeliDist-Einheiten:

Um die sichere modellgestützte Auslegung der HeliDist-Einheiten mit der HA-Modellierung zu gewährleisten, sollte das Modell weiterentwickelt und mit zusätzlichen experimentellen Daten validiert werden. So könnte die Sekundärströmung in der Flüssigkeit ebenfalls durch einen Dispersionskoeffizienten berücksichtigt werden. Zudem sollten die regelmäßigen Gitterstrukturen durch weitere experimentelle Daten detaillierter untersucht werden und gegebenenfalls das Modell entsprechend angepasst werden.

Für die Fertigung großer Stückzahlen könnte eine Optimierung des Binderjetting-Verfahrens im Hinblick auf die Entpulverung der Grünkörper vielversprechend sein.

Für den Einsatz in technischen Anwendungen, wie z. B. der Methanol-Wasser-Rektifikation im Rahmen der „H₂Mare“-Projekte, ist eine Erhöhung des Durchsatzes erforderlich. Dies könnte zum einen durch eine weitere Optimierung der Einbauten in Verbindung mit weiteren Untersuchungen zur idealen Kanalhöhe erreicht werden. So zeigten die experimentellen Ergebnisse, dass größere Kanalhöhen zwar den Wert für die Höhe einer theoretischen Trennstufe erhöhen, jedoch die volumetrische Trennleistung und den Durchsatz steigern. Zum anderen ist eine Methode zur Erhöhung des Durchsatzes das sogenannte Numbering-up [231], bei dem mehrere Einheiten parallel betrieben werden. Der kreisförmige Querschnitt ist hierfür jedoch nicht ideal, da zwischen den Apparaten

ein Zwischenraum entsteht, der die Raumausnutzung verringert. Zudem könnten diese Zwischenräume die Wärmeverluste erhöhen. Eine hexagonale Grundfläche könnte diese Probleme umgehen. Abbildung 11.1 zeigt das CAD-Modell einer solchen angepassten HeliDist-Einheit.

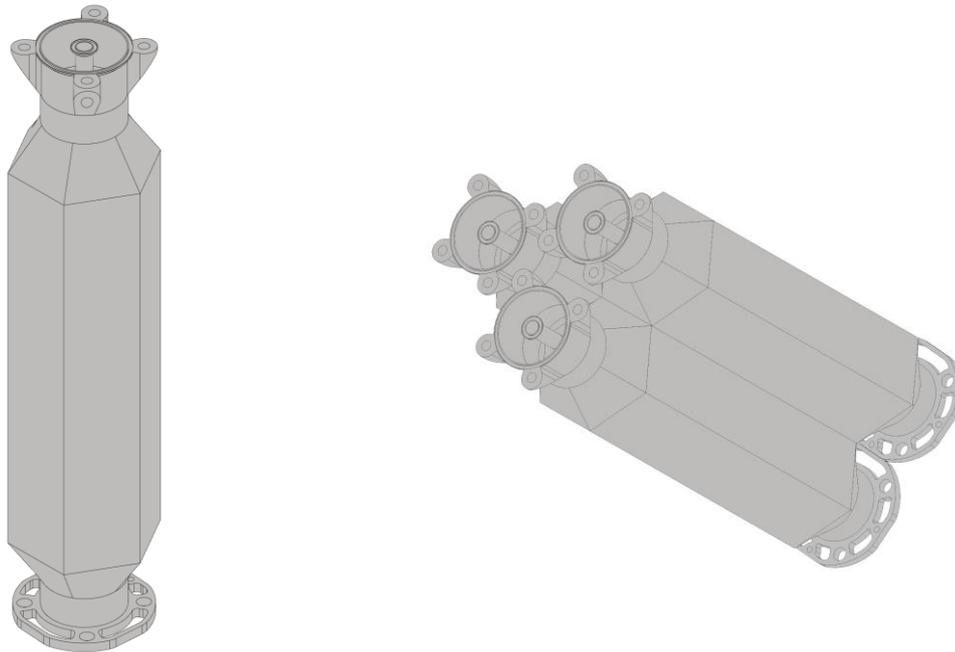


Abb. 11.1: Entwurf von HeliDist-Einheiten der dritten Anschlussgeneration mit einer hexagonalen Grundfläche für das Numbering-up. Links: Einzelansicht. Rechts: Drei parallele Module.

Darüber hinaus ergeben sich weitere spezifische Fragestellungen wie der Einfluss der Wellenbewegungen bei off-shore Anwendungen. Insbesondere da die bisherigen Ergebnisse auf einen deutlichen Einfluss von statischen Winkelabweichungen hinweisen. Mittels geeigneter Einbauten scheint es aber möglich, den Einfluss deutlich zu reduzieren. Durch den schnellen Design-Fertigungszyklus wird es hier möglich, schnell verschiedenste Varianten zu fertigen und experimentell zu charakterisieren.

Ein weiterer wichtiger Punkt ist die energetische Optimierung des Prozesses und der Apparate. Etwa 40 % des Energiebedarfs von Chemieanlagen entfällt auf die Destillation [232]. Daher spielt das Wärmemanagement bei der Entwicklung und Gestaltung von Rektifikationsapparaturen eine wichtige Rolle [233, 234]. Eine Methode zur Energieeinsparung ist die diabatische Rektifikation. Im Gegensatz zur adiabatischen Rektifikation, bei der keine Wärme in der Kolonne zugeführt oder entzogen wird, wird bei der sogenannten diabatischen Rektifikation gezielt Wärme über die Kolonne zugeführt oder entzogen. Dadurch kann der exergetische Wirkungsgrad um über 60 % bei gleichzeitig höherer Trennleistung gesteigert werden [235, 236]. In der (industriellen) Applikation ist insbesondere der deutlich höhere Fertigungsaufwand für die Rektifikationskolonnen hinderlich [237]. Dieser kann nun, wie gezeigt, durch die additive Fertigung reduziert

werden. So könnten zusätzliche Heiz- bzw. Kühlkanäle mit variablem Durchmesser in die HeliDist-Einheiten eingebracht werden. In Zusammenspiel mit der Modellierung könnten so maßgeschneiderte Apparate für die Trennaufgabe mit geringem Energiebedarf entwickelt werden.

Im folgenden Abschnitt werden grundlegende mathematische und geometrische Überlegungen zu (verkippten) helikalen Linien und Kanälen dargelegt, die als Grundlage für Vereinfachungen bei der Modellierung dienen. Insbesondere wird auf die Berechnung der Lauflängen und Flächen eingegangen. Dieser Abschnitt basiert auf den Grundlagen der höheren Mathematik und entsprechenden Formelsammlungen [238–241].

A.1 Senkrechte Helix und Helikoidflächen

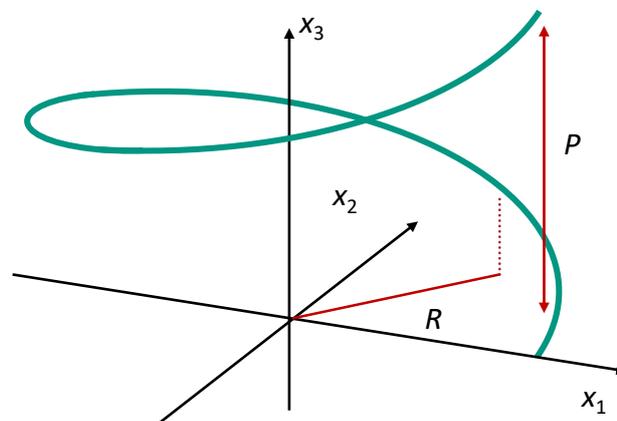


Abb. A.1: Darstellung der senkrechten Helix nach Gleichung A.1 mit der Ganghöhe P und dem Radius R .

Eine helikale Kurve in senkrechter Ausrichtung (vgl. auch Abbildung A.1) ist durch Gleichung A.1 definiert:

$$\vec{x} = \begin{pmatrix} R \cdot \sin n_W \\ R \cdot \cos n_W \\ a \cdot n_W \end{pmatrix} \quad (\text{A.1})$$

wobei R für den Radius, $P = 2\pi a$ die Ganghöhe und n_W die Windungszahl bezeichnet. Die Windungszahl wird hierbei als Funktionsparameter angenommen. Die Steigung k der Helix ergibt sich zu

$$k = \frac{a}{R} \quad (\text{A.2})$$

mit dem Windungsparameter a . Die Bogenlänge L der Kurve ist:

$$L = 2\pi\sqrt{R^2 + a^2} \quad (\text{A.3})$$

und die Fläche einer helikalen Fläche zwischen R_i und R_a mit konstanter Ganghöhe, einer sogenannten Wendelfläche bzw. Helikoid, ergibt sich aus der Integration:

$$A = \int_{R_i}^{R_a} L(R) dR = \pi \cdot n_W \cdot \left[R \cdot \sqrt{R^2 + a^2} + a^2 \cdot \ln \frac{R + \sqrt{R^2 + a^2}}{a} \right]_{R_i}^{R_a}. \quad (\text{A.4})$$

Die Abweichungen im Vergleich zur Projektionsfläche auf die x_1 - x_2 -Ebene – einem Kreisring – sind für die untersuchten geometrischen Parameter nur gering. Für den Referenzfall aus Kapitel 4 beträgt die Flächenzunahme durch die Torsion nur etwa 1,2%.

A.2 Verkippte Helix und Helikoidflächen

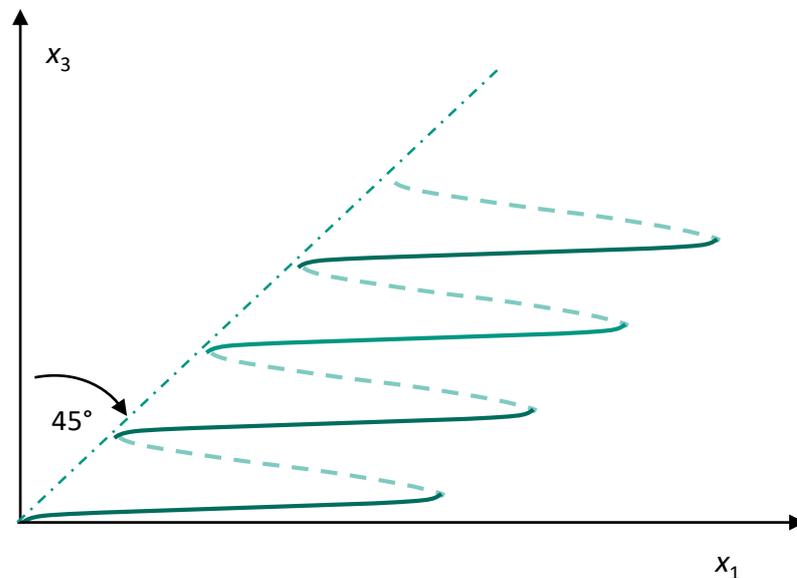


Abb. A.2: Darstellung einer Schraubenlinie nach Gleichung A.5 bei der die Zentralachse um 45° um die x_2 -Achse verkippt wurde.

Aufgrund der Gestaltungsrichtlinien für das PBF-LB/M-Verfahren, ist eine Verkipfung der helikalen Kanäle um 45° notwendig (vgl. auch Kapitel 8). Im Folgenden werden hierfür die geometrischen Gleichungen beschrieben. Für die Schraubenlinie mit einer

45°-Drehung der Zentralachse um die x_2 -Achse (vgl. auch Abbildung A.2), ergibt sich die folgende parametrische Gleichung:

$$\vec{x}(R, n_W) = \begin{pmatrix} R \cdot \sin n_W \\ R \cdot \cos n_W + a \cdot n_W \\ a \cdot n_W \end{pmatrix}. \quad (\text{A.5})$$

Für die Bogenlänge L ergibt sich durch eine Linienintegration von Gleichung A.5 das elliptische Integral

$$L = \int_0^{2\pi n_W} \sqrt{R^2 - Ra \sin n_W + 2a^2} dn_W. \quad (\text{A.6})$$

Die Abweichungen von Gleichung A.3 sind aber gering im untersuchten Parameterbereich. Beispielsweise ergibt sich für den Innenradius der Kanäle von 2,5 mm eine Abweichung von ca. 5 %. Für den Außenradius von 12,5 mm beträgt die Abweichung nur etwa 0,1 %, bei jeweils einer Kanalhöhe von 5 mm.

Zu beachten ist, dass dies nur für die Bogenlänge bei einem konstanten Radius gilt. Wird die Helikoid-Fläche durch einen ebenfalls verkippten Zylinder mit konstantem Radius innen und außen begrenzt, variiert der minimale Innen- und maximale Außendurchmesser mit der Windungslaufzahl n_W (vgl. auch Abbildung A.4). Für die Kanalbreite ergibt sich die folgende Gleichung:

$$B = B_0 \cdot \sqrt{1 + \sin^2 n_W}. \quad (\text{A.7})$$

B_0 bezeichnet dabei die Kanalbreite bei senkrechter Ausrichtung. Die relative Kanalbreite ist auch in Abbildung A.3 dargestellt. Die Projektionsfläche auf die x_1 - x_2 -Ebene zu einer Ellipse mit der Fläche A :

$$A = \frac{\pi R^2}{\cos(45^\circ)}. \quad (\text{A.8})$$

Für 45° entspricht dies einer Vergrößerung um den Faktor $\sqrt{2} \approx 1,41$. Hierbei wird wiederum die Torsion des Kanalbodens vernachlässigt. Für die (Boden-)Fläche einer Windung ergibt sich durch Flächenintegration von Gleichung A.5 folgende Beziehung:

$$A = \int_{R_i}^{R_A} \int_0^{2\pi n_W} \sqrt{R_A a (1 + \cos^2 n_W) + (\sqrt{2} R_A R - R_A a \cdot \sin n_W)^2} dn_W dR. \quad (\text{A.9})$$

Im Vergleich zur Ellipsenfläche A.8 ergeben sich aber auch hier nur geringe Abweichungen durch die Torsion von 0,5 % bei einer angenommenen Kanalhöhe von 5 mm.

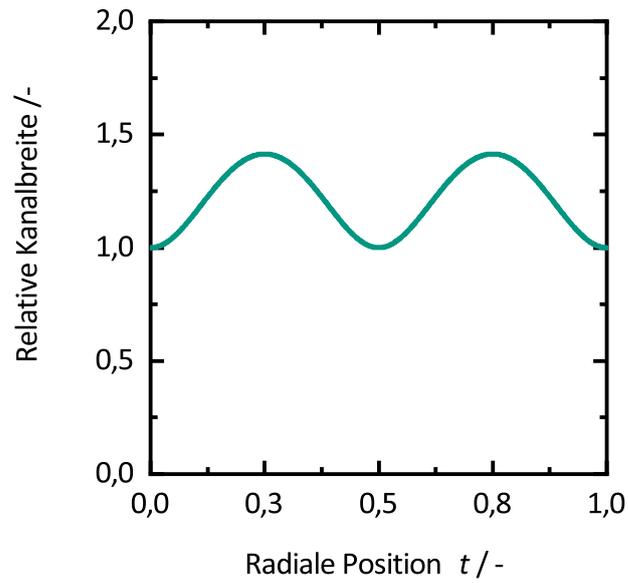


Abb. A.3: Relative Kanalbreite durch die Verkippung der Schraubenlinie nach Gleichung A.7.

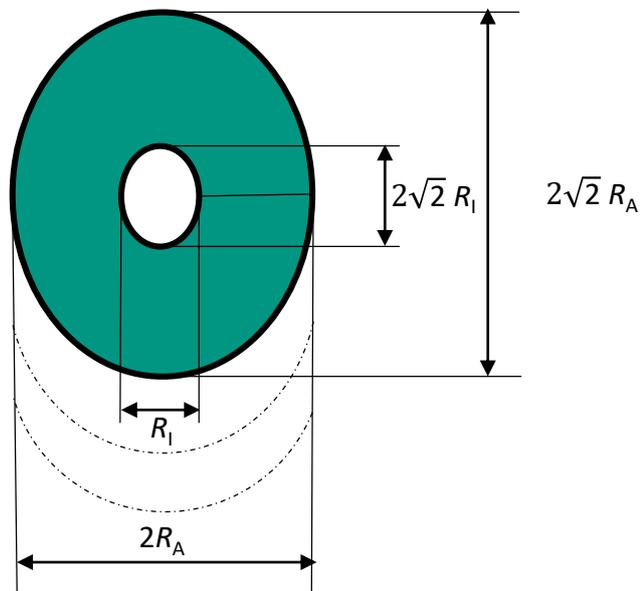


Abb. A.4: Verzerrung der Projektionsfläche auf die x_1 - x_2 -Ebene zu einer Ellipse aufgrund der Verkippung der Wendelfläche.

Die Gitterunabhängigkeit der Lösung ist eine entscheidende Voraussetzung für die Modellierung [145]. Ziel der Gitterstudie ist es, den numerischen Fehler der berechneten Trennleistungen n_{theo} zu berechnen.

Zur Festlegung der Ausgangsgittergrößen für diese Studie wurden die Gitterabstände in allen Dimensionen sequenziell von geschätzten Werten halbiert bis die Abweichungen zwischen zwei Modellrechnungen unter $< 1\%$ lag. Die Werte sind in Tabelle B.1 verzeichnet. Ausgehend davon wurde zur genaueren Bestimmung des Gitterfehlers eine Gitterstudie nach dem Gitterkonvergenzindex- K -Verfahren der National Aeronautics and Space Administration (NASA) [242] basierend auf Roach [243] durchgeführt. Diese Methode erlaubt es den Gitterfehler basierend auf den Ergebnissen mit drei verschiedenen Gitterverfeinerungen (fein, mittel, grob) h ($\Delta x, \Delta z_g$ und Δz_{fl}) abzuschätzen.

Tab. B.1: Gitterabstände für das grobe Gitter und resultierende Zahl an Zellen N_{Gitter} für den Referenzfall mit dem laminaren Grenzschichtmodell (GS-Modell).

Koordinate	Länge / m
Δx	$5,000 \cdot 10^{-4}$
Δz_g	$1,953 \cdot 10^{-4}$
Δz_{fl}	$1,175 \cdot 10^{-5}$
N_{Gitter}	$1,18 \cdot 10^6$

Die Gitterabstände h sind dabei über ein konstantes Gitterverfeinerungsverhältnis V :

$$V = \frac{h_g}{h_m} = \frac{h_m}{h_f} = 2 \quad (\text{B.1})$$

miteinander verknüpft. Die Konvergenzordnung p kann aus den berechneten Werten für die theoretische Stufenanzahl daraus mit Gleichung B.2 berechnet werden.

$$p = \ln \frac{n_{\text{theo,g}} - n_{\text{theo,m}}}{n_{\text{theo,m}} - n_{\text{theo,f}}} \cdot \frac{1}{\ln V} \quad (\text{B.2})$$

Daraus lässt sich der Gitter-Konvergenz-Index K nach Gleichung B.3 und B.4 anschließend berechnen. Der K dient dabei als Maß für den zu erwartenden numerischen Fehler. Der Sicherheitsfaktor SF wurde nach [242] auf 1,25 festgelegt.

$$K_f = \frac{|n_{\text{theo,m}} - n_{\text{theo,f}}|}{n_{\text{theo,f}}} \cdot \frac{SF}{V^p - 1} \quad (\text{B.3})$$

$$K_m = \frac{|n_{\text{theo,g}} - n_{\text{theo,m}}|}{n_{\text{theo,m}}} \cdot \frac{SF}{V^p - 1} \quad (\text{B.4})$$

Diese Berechnungen setzen voraus, dass die Werte im asymptotischen Bereich der Konvergenz sind. Dies ist der Fall, sofern das Verhältnis von K_f und K_m Gleichung B.5

$$V^p \simeq \frac{K_m}{K_f} \quad (\text{B.5})$$

erfüllt. Für den Referenzfall ($n_W = 1$, $H = 5 \text{ mm}$, $\dot{m} = 150 \text{ g h}^{-1}$) sind die Ergebnisse in Tabelle B.2 dargelegt. Die Abweichungen von B.5 von nur 0,9% zeigen, dass die Gitterabstände alle im asymptotischen Bereich sind. Mit dem feinen Gitter ergibt sich damit ein Fehler von 0,3%. Mit dem Mittleren ein Fehler von 1,4%. Im Fall des laminaren Modells sind die Abweichungen eine Größenordnung geringer. Damit konnte gezeigt werden, dass der Fehler durch die Diskretisierung in einem Bereich ist, der geringer ist als die erwarteten Änderungen durch Variation der Prozessparameter.

Tab. B.2: Berechnete Werte für n_{theo} für verschiedene Gitterabstände für den Referenzfall für das GS- und das laminare Modell.

Gitter	GS-Modell	laminar
	n_{theo}	n_{theo}
grob	0,467 03	0,112 12
mittel	0,487 90	0,112 10
fein	0,492 29	0,111 95

Tab. B.3: Ergebnisse der Gitterunabhängigkeitsstudie und abgeschätzte Werte für den Gitterfehler für das feine und mittlere Gitter für beide Modelle basierend auf den Ergebnissen aus Tabelle B.2.

Berechnete Größe	GS-Modell	laminar
p	2,247	2,609
$n_{\text{theoasympt}}$	0,493 47	0,112 12
K_{fein}	0,298 %	0,006 %
K_{mittel}	1,427 %	0,031 %
Abweichung von Gleichung B.5	0,9 %	0,0 %

Untersuchungen zu den mit dem PBF-LB/M-System verarbeiteten Werkstoffen

Da wie in Abschnitt 6 beschrieben, die PBF-LB/M-Anlage über einen internen Pulverkreislauf verfügt, wurden zwei repräsentative Proben des Pulvers im Labor für Partikelmess-technik des Instituts für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik (MVM) am KIT hinsichtlich der Partikelgrößenverteilung (PGV) analysiert: Eine Probe mit „frischem“ und eine mit recyceltem Pulver nach mehreren Zyklen. Dieses Ergebnis bestätigt die Angaben in der Literatur mit einem ähnlichen System, bei denen auch nur geringfügige Änderungen der PGV festgestellt wurden [197]. Zudem wurden REM-Aufnahmen von neuem und Rezyklatpulver am IMVT aufgenommen. Die leicht größere PGV ist erkennbar, wobei durch die Probenentnahme und Fixierung auf dem Objektträger auch leichte Unterschiede möglich sind. Beide Proben zeigen einige nicht sphärische Partikel und Agglomerate. Es ist keine deutliche Zunahme von solchen Partikeln im Rezyklat zu beobachten. Die chemische Zusammensetzung des verarbeiteten Materials wurde zudem über eine Analyse eines gedruckten Würfels in Tabelle C.1 durch eine optische Emissionsspektrometrie (englisch: Optical Emission Spectrometry, OES) Analyse als normgerecht [244] bestätigt. Die Analyse wurde am Institut für Angewandte Materialien (IAM) durchgeführt.

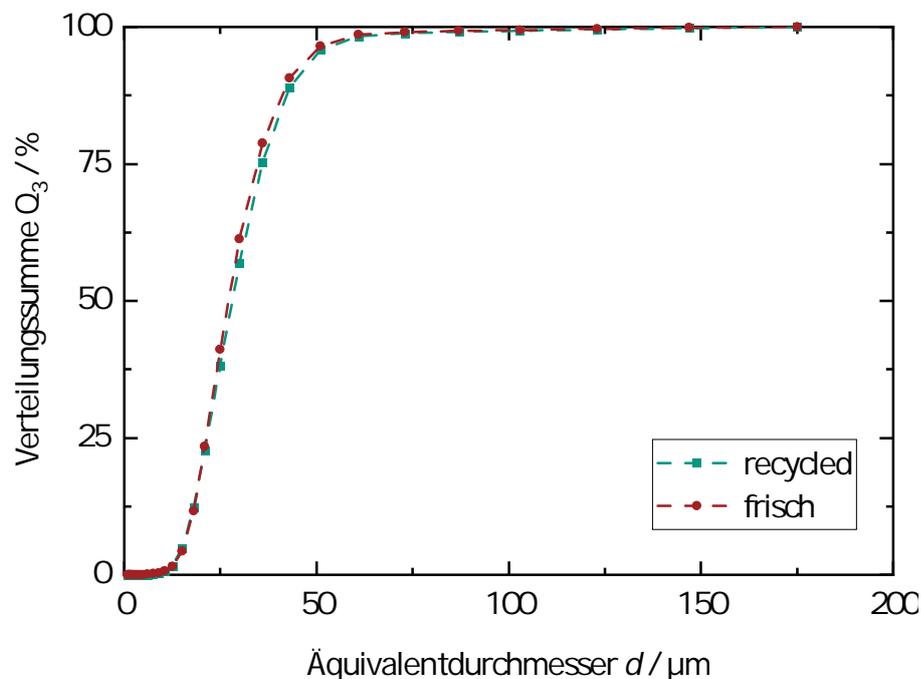


Abb. C.1: Ergebnisse der PGV von neuem Pulver und Pulver das mehrfach recycled wurde.

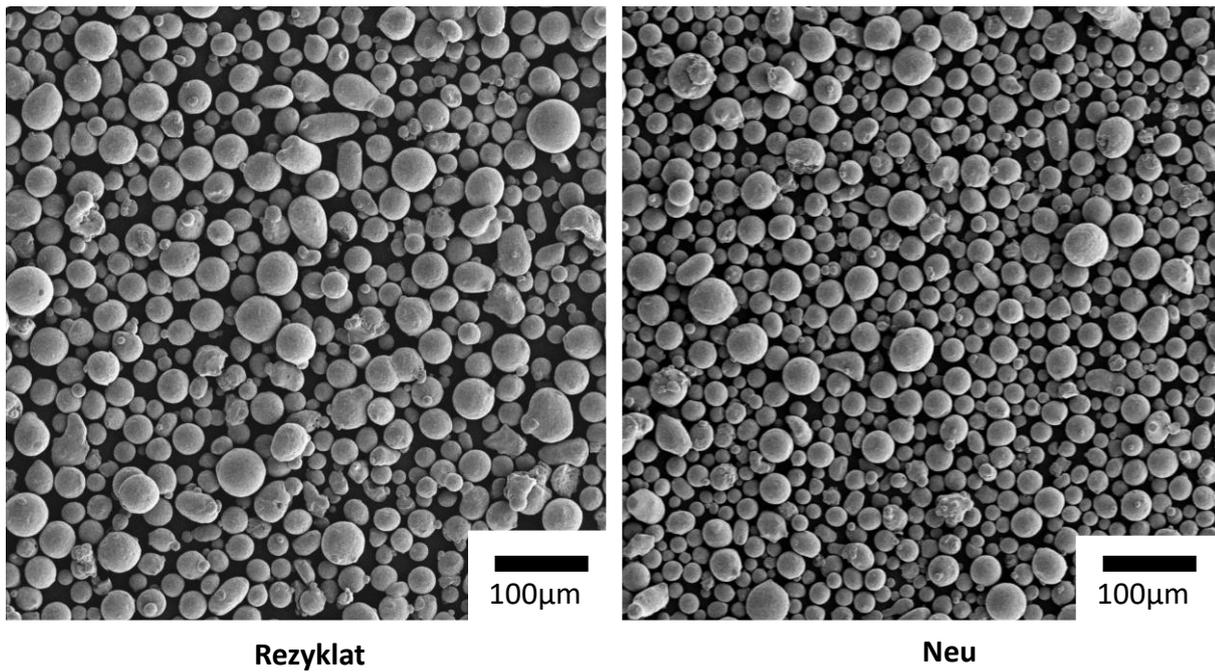


Abb. C.2: REM-Bild von frischem und mehrfach recycletem Pulver.

Tab. C.1: Chemische Zusammensetzung nach einer OES-Analyse eines Testwürfels hergestellt mit dem PBF-LB/M-System.

Element	Massen-%
C	0,025
Si	0,941
Mn	0,697
P	0,014
Si	0,004
Mg	<0,001
Cu	0,07
Cr	17,79
Ni	12,59
Mo	2,43

Gaschromatographische Bestimmung der Zusammensetzung

Für die Bestimmung der Zusammensetzung der Proben aus Cyclohexan/n-Heptan wurde die in folgender Tabelle gegebene Gaschromatograph (GC)-Methode verwendet. Über eine Mehrpunktkalibrierung wurde die Zusammensetzung anhand der Fläche der Signale für Cyclohexan und n-Heptan bestimmt. Jede Probe wurde in zwei Proben und eine Rückstellprobe aufgeteilt und vermessen. Der Autosampler verwendete Cyclohexan als Spülflüssigkeit. Es wurde jedoch gezeigt, dass die Menge der Rückstände von Cyclohexan in der Spritze nicht nachweisbar war und keine Auswirkungen hatte.

Tab. D.1: Einstellung und Messmethode des verwendeten GC Agilent G1530A.

Eigenschaft		
Säule	RTX-1 (RESTEK)	$L = 60 \text{ m}, d = 320 \mu\text{m}, H_{\text{Film}} = 1 \mu\text{m}$
Detektor	FID	$t = 320 \text{ }^\circ\text{C},$ $\dot{V}(\text{H}_2) = 30 \text{ mL min}^{-1}$ $\dot{V}(\text{Luft}) = 350 \text{ mL min}^{-1}$ $\dot{V}(\text{Makeup/N}_2) = 20 \text{ mL min}^{-1}$
Trägergas	He	
Inlet		$t = 300 \text{ }^\circ\text{C}, p = 22,614 \text{ psi}$
Spritze Autosampler	10 μL	Split: 100:1, 1 Flow: 250 mL min^{-1}
Lösemittel	Cyclohexan	5 Spülvorgänge vor und nach Injektion + 5 Spülvorgänge mit Probe
Probenvolumen		0,5 μL
Fluss		$2,50 \text{ mL min}^{-1}, p = 22,614 \text{ psi}$
Temperaturrampe		von $t = 95 \text{ }^\circ\text{C}$ auf $t = 125 \text{ }^\circ\text{C}$ mit 10 K min^{-1} , dann auf $t = 200 \text{ }^\circ\text{C}$ mit 20 K min^{-1}
Dauer		13 min

Weitere Darstellungen der HeliDist-Einheiten

Im Folgenden sind weitere Abbildungen der HeliDist-Einheiten dargestellt.

E.1 1. Anschlussgeneration



Abb. E.1: HeliDist-Einheit der ersten Anschlussgeneration mit 4 Windungen.

E.2 2. Anschlussgeneration



Abb. E.2: Seitenansicht einer HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit 12 Windungen.



Abb. E.3: Sumpfansicht einer HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit 12 Windungen.

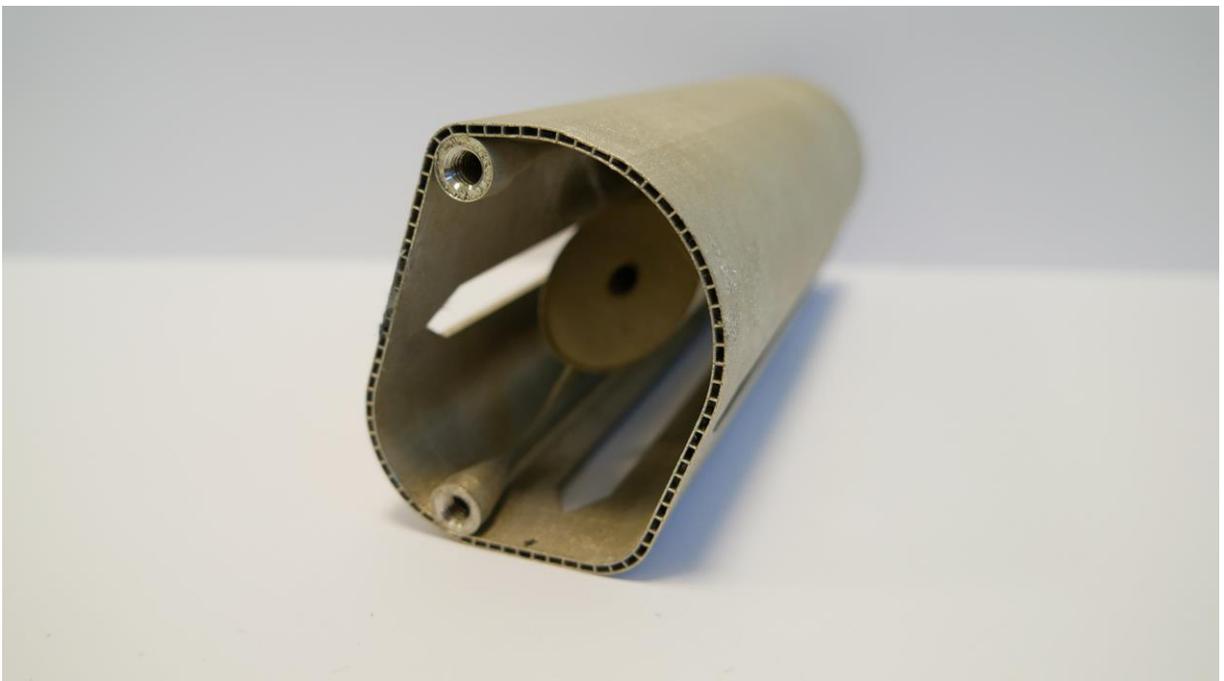


Abb. E.4: Kopfansicht einer HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit 12 Windungen.

E.3 3. Anschlussgeneration



Abb. E.5: Bild des Aufbaus einer HeliDist-Einheit der dritten Anschlussgeneration mit 20 Windungen aus Mittelmodul mit 12 Windungen. Kopf- und Sumpfmodul jeweils 4 Windungen.



Abb. E.6: Detailansicht Flansch mit Schrauben.



Abb. E.7: Detailansicht oberer Flansch mit teilweise eingelegter Dichtung einer HeliDist-Einheit der 3. Anschlussgeneration



Abb. E.8: Ansicht eines erodierten Schnitts durch eine HeliDist-Einheit der 3. Anschlussgenerati-
on.

Ergänzende Abbildungen des Sinterverzugs aufgrund fehlender Abstützung

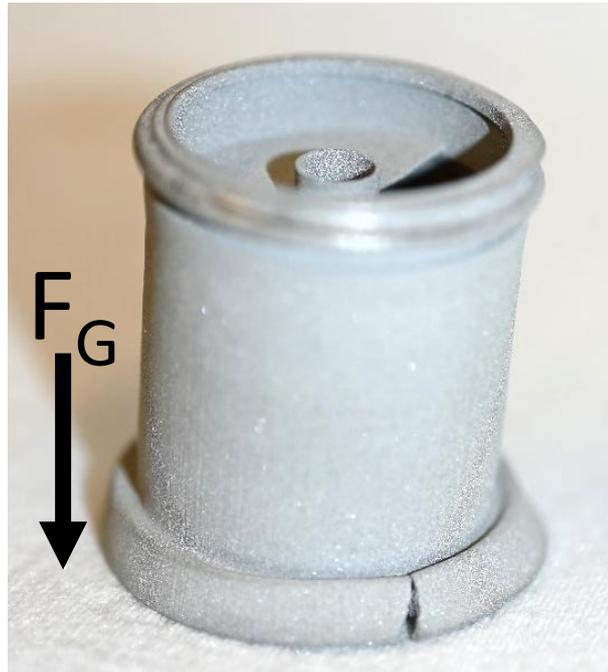


Abb. F.1: Sinterverzug aufgrund des Eigengewicht. Am Übergang des Gewindes in den zylindrischen Teil kam es aufgrund des Eigengewichts zu einer Verformung mit Rissbildung.

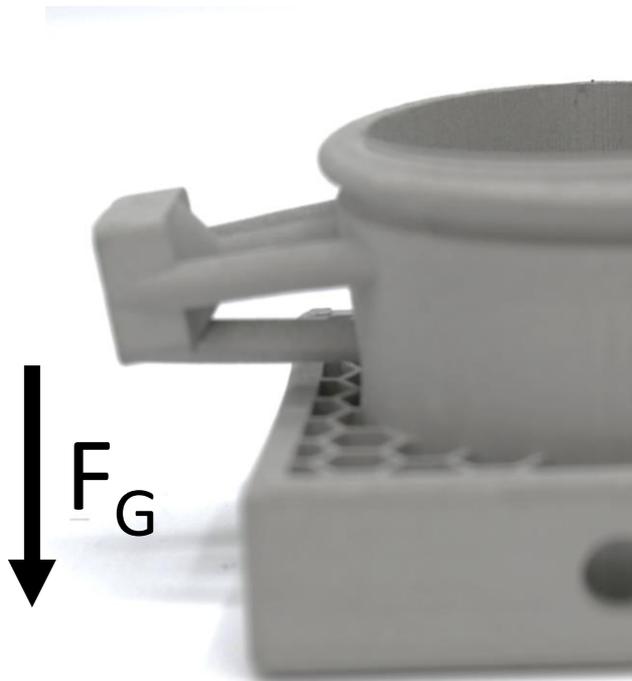


Abb. F.2: Sinterverzug aufgrund des Eigengewichts an einem Anschluss aufgrund fehlender Abstützung.

Die Benetzungseigenschaften sind eine wichtige Eigenschaft für Einbauten in Rektifikationsapparaturen [245, 246]. Daher wurde an ausgewählten Proben der statische Kontaktwinkel Θ bestimmt, um die Benetzungseigenschaften zu charakterisieren

G.1 Kontaktwinkelmessungen

Die Messungen wurden mit einer manuellen Kontaktwinkelmessapparatur (OCA 5, DataPhysics Instruments GmbH, Deutschland) durchgeführt. Hierbei wurde der Kontaktwinkel Θ durch Anlegen einer Tangente an einen über eine Spritze applizierten Tropfen der Messflüssigkeit ermittelt. Die Messung erfolgte an 3 Stellen pro Probe, jeweils rechts und links des Tropfens. Die Probekörper wurden davor mehrmals mit Isopropanol und deionisiertem Wasser gespült, um Kontaminationen durch Reinigungsmittel und Fette nach der Fertigung zu vermeiden.

G.2 Ergebnisse

In Abbildung G.1 sind die Ergebnisse für Kontaktwinkelmessungen mit Wasser an den Proben mit unterschiedlichem Neigungswinkel aus Abschnitt 7.3.6 und einer senkrechten ebenen Seitenfläche einer HeliDist-Einheit aufgetragen. Mit 70° bis 80° zeigen die Oberflächen noch ein hydrophiles Verhalten. Dieser Wert war unabhängig von der Neigung der Oberfläche bei der Fertigung gegenüber der Horizontalen. Die erzielten Werte sind etwas höher als bei Neukäufer et al. [245].

Mit Cyclohexan bzw. Heptan konnte kein Kontaktwinkel bestimmt werden, da diese Flüssigkeiten auf den Oberflächen spreiteten. Dies ist auf die niedrigere Oberflächenspannung im Vergleich zu Wasser zurückzuführen.

Es sei an dieser Stelle noch drauf verwiesen, dass die angegebenen Werte nur einen groben Richtwert darstellen. Insbesondere aufgrund der geringen Reproduzierbarkeit der Oberflächenrauigkeit (vgl. auch Kapitel 7.3.2), die wiederum Einfluss auf den Kontaktwinkel hat [247, 248]. Zudem wird in der DIN-Norm 55660-2 für Kontaktwinkelmessungen verdeutlicht, dass die Abweichung zwischen verschiedenen Laboren bei einem Ringversuch ohne genaue Angabe der Messmethode so groß war, dass keine sinnvollen Ergebnisse erzielt wurden. Bei genauer Vorgabe der Messmethode konnte eine Abweichung von 7° zwischen den Laboren erreicht werden [249].

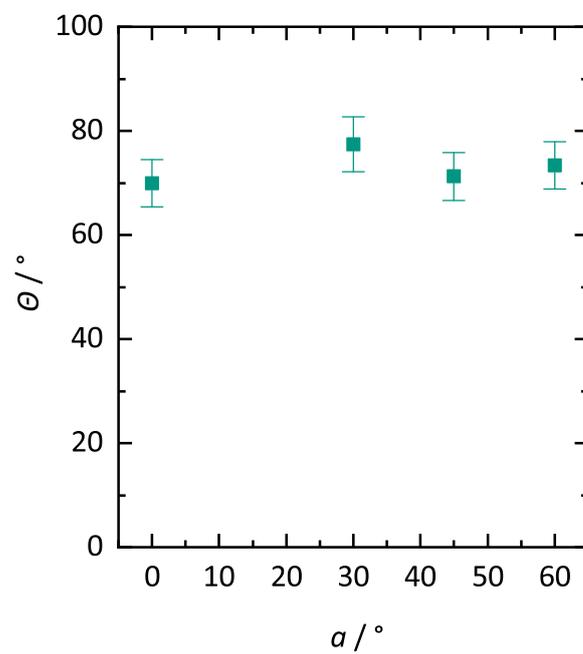


Abb. G.1: Ergebnisse der Kontaktwinkelmessung mit Wasser an Oberflächen mit verschiedenen Überhangwinkeln α .

Temperaturverteilung der elektrischen Begleitbeheizung

Zur Bestimmung der Temperaturverteilung in der Isolierung wurden die Temperaturen an 11 verschiedenen Positionen im Stützrahmen einer HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit 5 Windungen gemessen. Die Messpunkte sind in Abbildung H.1 und die gemessenen Temperaturen in Abbildung H.2 dargestellt für eine Regeltemperatur der Begleitbeheizung von 58, 63 und 68 °C.

Die höchsten Temperaturen wurden erwartungsgemäß am Dampfaustritt gemessen, der sich an Punkt 1 befindet. Die niedrigsten Temperaturen traten an dem am weitesten vom Dampfaustritt entfernten Punkt 7 auf. Insgesamt wurde ein maximaler Temperaturgradient von bis zu 13 K festgestellt. Es zeigte sich aber, dass das Temperaturprofil gleichmäßig mit steigender Regeltemperatur zunahm. So betrug die mittlere Abweichung zwischen den Versuchen jeweils 5,1 K bei einer Erhöhung der Regeltemperatur um 5,0 K.

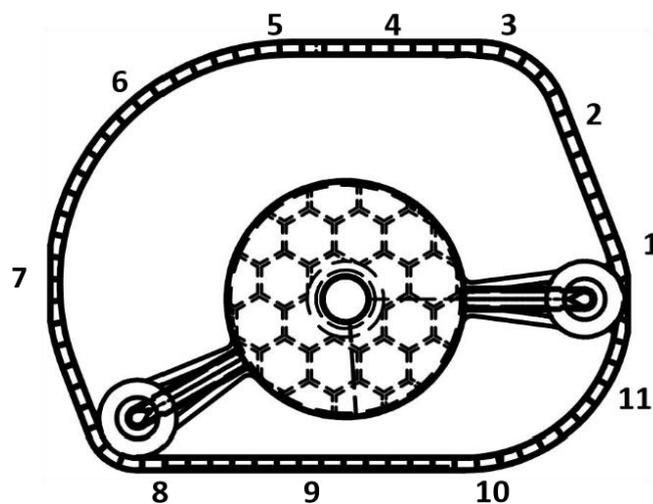


Abb. H.1: Position der Temperatursensoren in der Draufsicht auf die HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit 5 Windungen. Die Sensoren wurden in den Zwischenräumen des Stützrahmens in einer Tiefe von etwa 15 mm angebracht. Die Regelung erfolgte durch eine Messung zwischen Punkt 1 und 2.

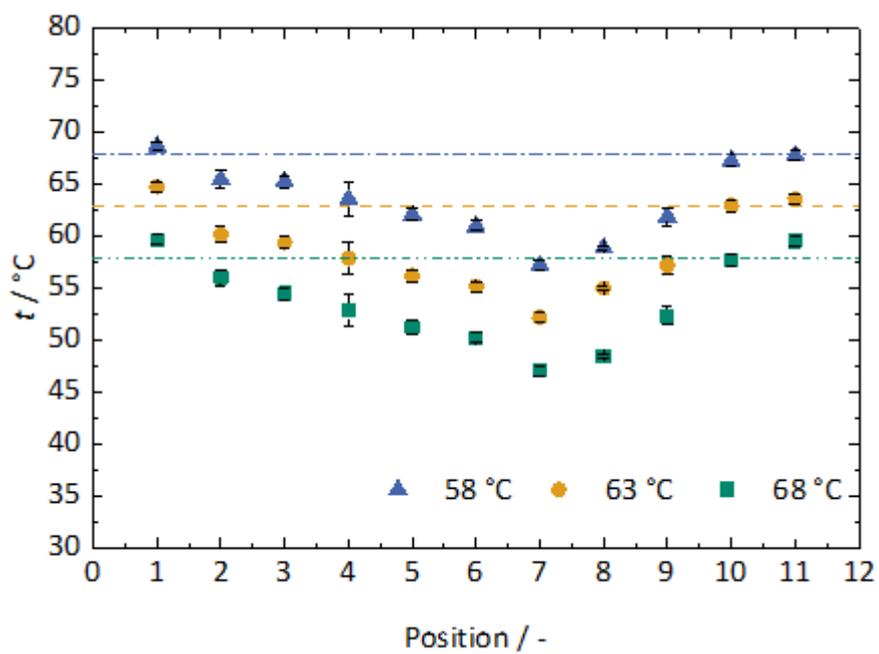


Abb. H.2: Ergebnisse der Temperaturmessungen der Punkte 1 bis 11 bei drei verschiedenen Regeltemperaturen der Begleitbeheizung.

Anlagenfließschema kontinuierlicher Betrieb

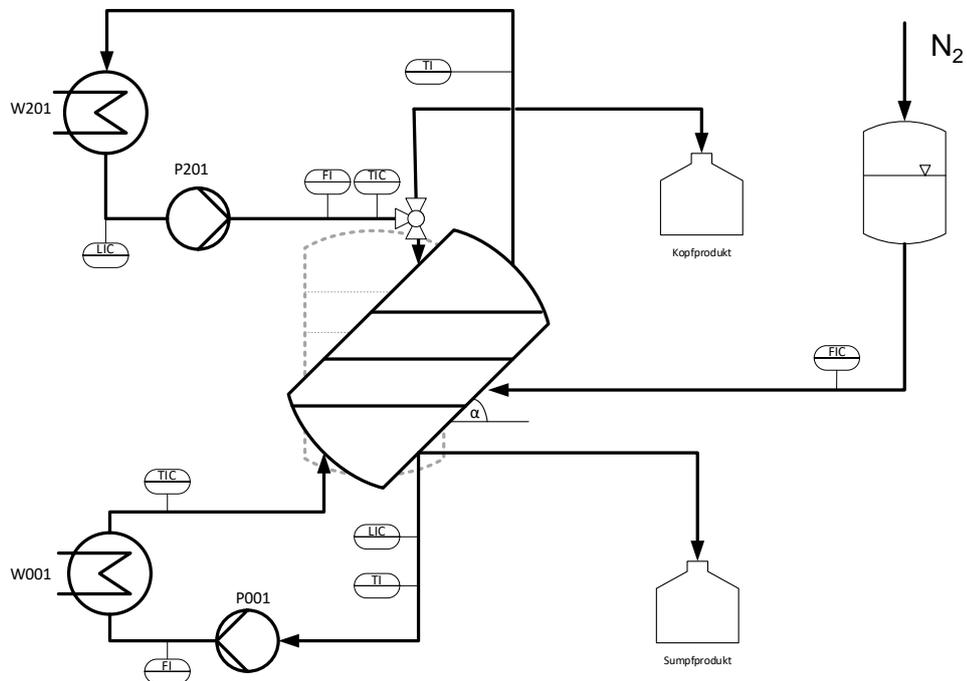


Abb. I.1: Anlagenfließbild des Teststandes für Versuche mit kontinuierlichem Produktabzug.

Schnittdarstellung der druckverlustoptimierten Anschlüsse

Im Folgenden wird eine Schnittdarstellung der druckverlustoptimierten Anschlüsse mit Pneumatik Schnellkupplung gezeigt. Deutlich zu Erkennen ist die Verengung des freien Querschnitts in dieser Kupplung.



Abb. J.1: Schnittdarstellung von HeliDist der zweiten Anschlussgeneration mit Pneumatik Schnellkupplung. In Rot markiert: Verengung des Strömungsquerschnitts.

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

Lateinische Symbole

Symbol	Bedeutung	Einheit
A	Fläche	m^2
a	Temperaturleitfähigkeit	m s^{-2}
a	Schraubparameter	m
B	Breite des Kanals	m
b	Kanalhalbbreite des Kanals für Film-Modell nach Stokes et al.[103]	m
C	Vertikale Geschwindigkeitskomponente in der Kernströmung	m s^{-1}
\bar{c}	gemittelte Konzentration	mol m^{-3}
c	Konzentration	mol m^{-3}
D	Diffusionskoeffizient	m s^{-2}
D	Dispersionskoeffizient	m s^{-2}
d	Durchmesser	m
E	Verstärkungsfaktor der Diffusion durch die Dispersion	-
E_L	Linienenergieeintrag	J m^{-1}
F	F-Faktor	$\text{Pa}^{0,5}$
P	Ganghöhe	m
g	Erdbeschleunigung	m s^{-2}
\hat{H}	dimensionslose Kanalbodenhöhe	-
H	Kanalbodenfunktion	m
H	Höhe	m

Symbol	Bedeutung	Einheit
h	Gitterweite	-
h	Filmhöhe	m
\bar{h}	mittlere Filmhöhe	m
h	molare Enthalpie	J mol ⁻¹
\hat{h}	dimensionslose Filmhöhe	-
K	Gitter-Konvergenz-Index eng.: Grid Convergence Index	-
K	Gleichgewichtskonstante	-
k	Steigung	-
L	Bogenlänge	m
\dot{L}	(Flüssigkeits-)Belastung	m ³ h ⁻¹
L	Länge	m
M	Molmasse	kg mol ⁻¹
\dot{m}	Massenstrom	kg s ⁻¹
m	Masse	kg
N_{Gitter}	Anzahl an Gitterpunkten	-
\dot{N}	Stoffstrom	mol s ⁻¹
N	Anzahl Versuche / Stichprobe	-
n_{theo}	Trennstufenzahl	-
n_{W}	Windungszahl $\in \mathbb{R}$	-
P	Leistung	W
p	Wahrscheinlichkeit	-
p	Konvergenzordnung	-
p	Druck	Pa
\dot{H}	Enthalpiestrom	W
\hat{Q}	dimensionsloser Volumenstrom	-
\dot{Q}	Wärmestrom	W
q	Leckrate	mbar L s ⁻¹
R	universelle Gaskonstante	J mol ⁻¹ K ⁻¹
R	Radius	m
r	radiale Position	m
s	Wandstärke	m
s	Durchmesser	m
S_{A}	Oberflächenrauigkeit	m

Symbol	Bedeutung	Einheit
SF	Sicherheitsfaktor	-
\bar{T}	gemittelte absolute Temperatur	K
T	absolute Temperatur	K
t	Temperatur	°C
t	Zeit	s
U	charakteristische Filmgeschwindigkeit	m s^{-1}
\hat{u}	dimensionslose Geschwindigkeit in Kanalrichtung	-
\bar{u}	mittlere Geschwindigkeit	m s^{-1}
u	Geschwindigkeit	m s^{-1}
\dot{V}	Volumenstrom	$\text{m}^3 \text{s}^{-1}$
V	Volumen	m^3
V	Gitterverfeinerungsverhältnis	-
F	Gasbelastungsfaktor	$\text{Pa}^{0,5}$
v	Rücklaufverhältnis	-
v	(Leerrohr-)Geschwindigkeit	m s^{-1}
\hat{v}	dimensionslose Geschwindigkeit in radiale Richtung	-
v	Geschwindigkeitskomponente in radiale Richtung	m s^{-1}
w	Massenanteil	-
x	kartesische Koordinate	m
x	Molanteil	-
\hat{y}	dimensionslose Koordinate	-
y	Koordinate im helikalen Koordinatensystem	m
y	Molanteil in der Gasphase	-
z	Höhenkoordinate im helikalen Koordinatensystem	m
\hat{z}	dimensionslose z-Koordinate	-

Griechische Symbole

Symbol	Bedeutung	Einheit
Δ	Differenz	-
$\hat{\Lambda}$	dimensionslose Steigung des Kanalbodens	-
Ψ	Stromfunktion	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$
Θ	Kontaktwinkel	$^\circ$
$\hat{\Upsilon}$	dimensionsloser Modellparameter	-
α	relative Flüchtigkeit	-
α	Steigung der Helix	$^\circ$
α	Überhangwinkel gemessen zur Horizontalen	$^\circ$
α	Winkel	$^\circ$
α_M	Montagewinkel	$^\circ$
β	Winkelkoordinate im helikalen Koordinatensystem	-
$\hat{\delta}$	dimensionslose Grenzschichthöhe	-
δ	Versatz zwischen Bahnkonturen zwischen zwei aufeinander aufbauenden Pulverschichten	m
δ	Verhältnis von charakteristischer Filmhöhe zur Kanalbreite	-
$\hat{\epsilon}$	reziproker dimensionsloser Radius der Mittellinie	-
ϵ	Porosität	-
η	relative horizontale Grenzschichtkoordinate ausgehend von der Kanalwand nach dem Modell von Mori et al. [127]	-
η	dynamische Viskosität	Pa s
γ	Verkipfung der Zentralachse der Helix	-
λ	Steigung der Mittellinie der Schraubenlinie	-
λ	Wärmeleitfähigkeit	$\text{W m}^{-1} \text{K}$
ν	kinematische Viskosität	m s^{-2}
$\tilde{\rho}$	molare Dichte	mol m^{-3}
ρ	Dichte	kg m^{-3}
$\tau_{D, \text{chara}}$	charakteristische Diffusionszeit	s
τ	Verweilzeit	s
τ	Tortuosität	-

Symbol	Bedeutung	Einheit
ξ	Relative vertikale Grenzschichtkoordinate ausgehende von der Kanalwand nach dem Modell von Mori et al. [127]	-
ξ	radialer differenzieller Volumenstromanteil	-

Indizes

Index	Bedeutung
0	Leerrohr-
1	(Betriebs-)zustand 1
2	(Betriebs-)zustand 2
A	1. Komponente eines binären Gemisches
a	außen
ax	axial
asymp	asymptotische
aus	Ausgang
B	2. Komponente eines binären Gemisches
chara	charakteristische
CAD	CAD
D	Diffusion
eff	effektiv
ein	Eingang
F	Feedstrom
f	Feed
f	feine Gitterauflösung
fl	Flüssig
g	Gas
ges	gesamt
GG	Gleichgewicht
g	grobe Gitterauflösung
GS	Grenzschicht
H ₂ O	Wasser

Index	Bedeutung
He	Helium
Helix	Helix
I	Bereich I der Strömung im Modell nach Mori et al. [127]
i	innen
<i>i</i>	Spezies
II	Bereich II der Strömung im Modell nach Mori et al. [127]
III	Bereich III der Strömung im Modell nach Mori et al. [127]
K	Kanal
K	Kernströmung
K	Kopf
korr	korrigiert
KP	Kopfprodukt
krit	kritisch
KS	Rückgeführter Strom /Kondensat
L	Verlust
L	Linse
l	linke Grenze
Laser	Laser
Leck	Leckagestelle
LD	äquivalenter Lochdurchmesser
M	Montage
m	Mitten-
m	mittlerer
m	mittlere Gitterauflösung
mol	molekulare
Pack	Packung
PG	Phasengrenze
por	poröse
P	Punkt
rad	radial
r	rechte Grenze
ref	Referenz
rel	relativ
RG	regelmäßige Gitterstrukturen

Index	Bedeutung
--------------	------------------

roh	Roh-, scheinbare
S	Schicht
S	Sumpf
SA	Scanabstand
sat	Sattdampf-
SB	Schmelzbreite
SSB	Schmelzspurbreite
Siede	Siede
SK	Schmelzbreitenkompensation
SP	Sumpfprodukt
STP	Standardbedingungen
V	volumetrisch
vap	Verdampfungs-
VD	Verdampfer
W	Windung

Dimensionslose Kenngrößen

Abkürzung	Bedeutung
------------------	------------------

<i>De</i>	Dean Zahl
<i>Fr</i>	Froude Zahl
<i>Re</i>	Reynolds Zahl

Abkürzungen

Abkürzung	Bedeutung
------------------	------------------

AM	additive Fertigung (englisch: additive manufacturing)
BJT/M	Freistrahl-Bindemittelauftrag auf Metalle (englisch: binder-jetting on metals)
BMBF	Bundesministerium für Bildung und Forschung
BRD	Bundesrepublik Deutschland

Abkürzung	Bedeutung
CAD	computerunterstütztes Entwerfen (englisch: computer-aided design)
CFD	numerische Strömungsmechanik (englisch: computational fluid dynamics)
CNC	computergestützte numerische Steuerung (englisch: Computerized Numerical Control)
FT	fertigungstechnisch
F	Forderung
GC	Gaschromatograph
GS	Grenzschicht
HA	hydrodynamische Analogie
HETP	Trennstufenhöhe (englisch: height equivalent to one theoretical plate)
IAM	Institut für Angewandte Materialien
IMVT	Institut für Mikroverfahrenstechnik
IPCC	International Panel on Climate Change
IR	Infrarot
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry
KIT	Karlsruher Institut für Technologie
LE	Linienenergieeintrag (englisch: line energy)
LPBF	Laser Powder Bed Fusion
LoF	Bindefehler (englisch: Lack of Fusion nach VDI Richtlinie 3405 [200])
MESH	Auslegungsgleichungen für Rektifikationskolonnen (englisch: material balance, equilibrium conditions, summation conditions and heat balance)
MFC	Massenstromdurchflussregler (englisch: mass flow controller)
MS	Massenspektrometer
MVM	Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik
Mech	mechanisch
NASA	National Aeronautics and Space Administration
OES	Optische Emissionsspektrometrie (englisch: Optical Emission Spectrometry)
PBF-LB/M	pulverbettbasiertes Schmelzen von Metallen mittels Laser (englisch: powder bed fusion of metals using a laser based system)
PGV	Partikelgrößenverteilung
PS	Parametersatz

Abkürzung	Bedeutung
REM	Rasterelektronenmikroskopie
SI	Système international d'unités
SLA	Stereolithographie
SLE	Strömungselement
SLM	selektives Laserschmelzen (englisch: selective laser melting)
STL	CAD-Dateiformat bei dem die Oberflächen als Körper als Dreiecke approximiert werden.
STP	Standardbedingungen
SVP	statistischer Versuchsplan
USA	Vereinigte Staaten von Amerika
UV	Ultraviolett
VDI	Verein Deutscher Ingenieure
VT	verfahrenstechnisch
W	Wunsch
ZP	Zentrumspunkt
2D	zweidimensional
3D	dreidimensional
a.u.	beliebige Einheit (englisch: arbitrary unit)

Abbildungsverzeichnis

1.1	Aufbau der vorliegenden Arbeit.	5
2.1	Schematische Darstellung einer Rektifikationsapparatur als Fließdiagramm mit dem Bilanzraum I. Der Feedstrom \dot{N}_F wird dabei in den Kopf- und Sumpfproduktstrom \dot{N}_{SP} und \dot{N}_{KP} aufgetrennt. Ein Teil des aus der Kolonne austretenden Dampfstroms wird dabei als Rücklauf \dot{N}_{KS} zurückgeführt. Durch die Stoffströme werden die Enthalpieströme $\dot{H}_F = \dot{N}_F \cdot h_F$, $\dot{H}_K = \dot{N}_K \cdot h_K$ und $\dot{H}_{VD} = \dot{N}_{VD} \cdot h_{VD}$ in bzw. aus dem Bilanzraum transportiert. \dot{Q}_{VD} und \dot{Q}_{KS} beschreiben dabei die Wärmeströme im Verdampfer und Kopfkondensator. Über die Kolonne können Wärmeverluste von \dot{Q}_L auftreten.	10
2.2	McCabe-Thiele-Diagramm für den Fall von drei theoretischen Trennstufen bei unendlichem Rücklaufverhältnis. Links: Schematische Darstellung des Ersatzsystems aus drei hintereinander geschalteten Gleichgewichtsstufen. .	11
2.3	McCabe-Thiele-Diagramm für den Fall von 5 theoretischen Trennstufen bei Rücklaufverhältnis $v \neq \infty$. In Orange bzw. Blau ist die sogenannte Auftriebsgerade bzw. Abtriebsgerade dargestellt. In Rot die Feedgerade zum Schnittpunkt der Geraden. Die Zufuhr ist dabei unterkühlt.	12
2.4	Fotographische Explosionsdarstellung (links) der Hauptkomponenten der Mikrorektifikationsapparatur von Ziogas et al. [55]. Das gefräste 10 mm Mittelelement (im Detail rechts dargestellt) zeigt deutlich die Konturen einer konventionellen Siebbodenkolonne. Im unteren Bereich wird der Rücklauf verdampft, steigt durch die porösen Böden auf und bildet eine Sprudelschicht. Im oberen Teil wird der Dampf kondensiert und über ein Ventil entsprechend des Rücklaufverhältnisses zurückgeführt. Die Abbildung verdeutlicht auch gleichzeitig den immensen Fertigungsaufwand. Abbildungen aus [55] entnommen ©2011 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.	17
2.5	Skizzen der Laborpackungseinbauten von Lecky und Ewell [85] (links) und Podbielniak [86] (rechts). Links: Adaptierter Nachdruck aus [87] ©1982 mit Genehmigung von Elsevier. Rechts: Adaptierter Nachdruck aus [86] ©1941 American Chemical Society.	18

2.6	Von Mardani et al. entwickelte helikale, im SLA-Verfahren hergestellte Rektifikationskolonne. Links: Schematische Skizze der Kolonne mit Strömungswegen; Mitte: CAD-Modell der Kolonne; Rechts: Kolonne mit Anschlüssen. Abdruck aus [95], ©(2016) mit Genehmigung von Elsevier.	20
2.7	Vergleich verschiedener Destillations- und Rektifikationsapparaturen hinsichtlich ihrer volumetrischen Trenneffizienz (Gleichung 2.14). Die diagonalen Linien zeigen den Einfluss des Numbering-ups auf diesen Faktor nach Gleichung 2.15. Daten aus Zhang et al. [100], Tonkovich et al. [55, 67, 68], Hartmann et al. [96], Podbielniak [86], Sundberg et al. [77], Bottenus et al. [76], Sulzer [54] und Kim et al. [70].	22
3.1	Darstellung des helikalen Koordinatensystems. Links: Über die Winkelkoordinate β wird die Position auf der Schraubenlinie mit der Ganghöhe P definiert. Die Koordinaten x_1, x_2 und x_3 stellen dabei ein kartesisches Koordinatensystem mit dem Ursprung im Zentrum der Helix dar. Rechts: Darstellung der Koordinaten für einen beliebig geformten Kanal mit der Breite B und dem Radius R_m . Über die Koordinate r wird die radiale Position ausgehend von der vertikalen Achse der Helix definiert. Die dazu orthogonale Koordinate z und die Flüssigkeitsfilmhöhe $h(r)$ wird ausgehend von der Funktion für die Bodenfläche $H(r)$ berechnet. Diese Funktion gibt die relative Höhe des Kanals bezogen auf die vertikale Position der Mittellinie der Helix an (grün gestrichelt in b)).	27
3.2	Skizze der untersuchten helikal gewundenen rechteckigen Kanalgeometrie mit den geometrischen Größen B, P (entspricht gleichzeitig der Kanalhöhe) und R_i, R_a , die den Kanal definieren. Die Kanalbodenform wird dabei über die Funktion $\hat{H}(\hat{y})$ nach Gleichung 3.13 definiert.	30
3.3	Abhängigkeit der mittleren Filmhöhe \bar{h} von den geometrischen Größen des helikalen Kanals für flüssigsiedendes Cyclohexan als Referenzstoff. Links: Abhängigkeit \bar{h} von der Ganghöhe P bzw. Kanalhöhe bei konstanter Breite des Kanals B von 10 mm. Rechts: Abhängigkeit von der Kanalbreite B bei einer Ganghöhe von 5 mm. In beiden Fällen beträgt der Innenradius $R_i = 2,5$ mm. Die gestrichelten Referenzlinien verdeutlichen die Schnittmenge beider Diagramme.	31
3.4	Axiales Geschwindigkeitsprofil u für zwei verschiedene Massenströme $\dot{m} = 150 \text{ g h}^{-1}$ (links) und $\dot{m} = 450 \text{ g h}^{-1}$ (rechts). Geometrische Größen des Kanals in beiden Fällen: $B = 10 \text{ mm}$, $P = 5 \text{ mm}$ und $R_i = 2,5 \text{ mm}$. Rechts im Diagramm ist jeweils die Außenwand.	32

3.5	Stromfunktion Ψ für zwei verschiedene Massenströme $\dot{m} = 150 \text{ g h}^{-1}$ (links) und $\dot{m} = 450 \text{ g h}^{-1}$ (rechts). Geometrische Größen des Kanals in beiden Fällen: $B = 10 \text{ mm}$, $P = 5 \text{ mm}$ und $R_i = 2,5 \text{ mm}$. Rechts im Diagramm ist jeweils die Außenwand. Isolinien der Stromfunktion zeigen dabei die Stromlinien an. Die Pfeile geben die Drehrichtung an.	33
3.6	Radiale Geschwindigkeitskomponente v für zwei verschiedene Massenströme $\dot{m} = 150 \text{ g h}^{-1}$ (links) und $\dot{m} = 450 \text{ g h}^{-1}$ (rechts). Geometrische Größen des Kanals in beiden Fällen: $B = 10 \text{ mm}$, $P = 5 \text{ mm}$ und $R_i = 2,5 \text{ mm}$. Rechts im Diagramm ist jeweils die Außenwand.	34
3.7	Verweilzeitverteilung τ (links) und radialer differenzieller Flüssigkeitsanteil ξ (rechts) für einen helikalen Kanal mit $B = 10 \text{ mm}$, $P = 5 \text{ mm}$ und $R_i = 2,5 \text{ mm}$ in Abhängigkeit des Massenstroms \dot{m} an Cyclohexan. Rechts im Diagramm ist jeweils die Außenwand.	34
3.8	Einfluss des Innenradius des Kanals R_i auf den radialen differenziellen Flüssigkeitsanteil ξ (links) und die radiale Verweilzeitverteilung τ (rechts) für einen Kanal mit $R_a = 12,5 \text{ mm}$, $P = 5 \text{ mm}$ bei einem Massenstrom von $\dot{m} = 150 \text{ g h}^{-1}$	35
3.9	Einfluss idealisierter Formabweichungen auf das axiale Geschwindigkeitsprofil u für einen Kanal mit $B = 10 \text{ mm}$, $P = 5 \text{ mm}$ bei einem Massenstrom von $\dot{m} = 150 \text{ g h}^{-1}$. Links: Idealisierte sinusförmige Rauigkeit mit einer Amplitude von $60 \mu\text{m}$. Rechts: Verkippung des Kanalbodens um 5° um die horizontale Achse. Es sei darauf hingewiesen, dass die Achsen zur besseren Sichtbarkeit des Strömungsfelds nicht dasselbe Aspektverhältnis aufweisen. Die Rauigkeit und Verkippung werden dadurch verzerrt dargestellt.	37
4.1	Schematische Darstellung des abstrahierten geometrischen Modells des helikalen Kanals. Der Kanal wird zu einem Spalt zwischen zwei Platten approximiert mit der mittleren Länge L . Diese ergibt sich aus der Anzahl an Windungen n_W und der mittleren Länge einer Windung L_W . Die Steigung des Kanals entspricht ebenso der mittleren Steigung der Helix α . Für die Berechnung dieser Werte sei auf Anhang A verwiesen.	40
4.2	Illustrative Darstellung der fluiddynamischen Modelle. Zur Vereinfachung wurde nur in eine Skizze die Durchmischungslänge und das Koordinatensystem eingezeichnet. Diese Angaben gelten entsprechend für die anderen Modelle.	42
4.3	Schematische Darstellung des Sekundärströmungsprofils an der Kanaloberseite nach dem adaptierten Modell nach Mori et al. [136]. Mit blauen römischen Ziffern sind die Bereiche der Grenzschicht markiert. Die Grenzschicht hat dabei die Höhe $\hat{\delta}_{GS}$	44

4.4	Vergleich der modellierten Geschwindigkeitsprofile für das laminare und das GS-Modell für jeweils zwei Verdampfermassenströme von $\dot{m} = 150 \text{ g h}^{-1}$ und 450 g h^{-1} ($F = 0,05 \text{ Pa}^{0,5}$ und $0,15 \text{ Pa}^{0,5}$). Jeweils für eine äquimolare Cylohexan/n-Heptan-Mischung. Die modellierte Kanalhöhe beträgt 5 mm.	49
4.5	Modelliertes Konzentrations- (oben) und Temperaturfeld (unten) für das laminare Filmmmodell für einen Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} einer äquimoleren Cyclohexan/n-Heptan-Mischung. Die modellierte Kanallänge entspricht dabei einer Windung. Die Kanalhöhe ist 5 mm. Als Randbedingung für den Kondensator wurde vollständiger Rücklauf angenommen. Gitterparameter entsprechend dem feinen Gitter ($V = 4$ in Tabelle B.1) im Anhang B.	51
4.6	Modelliertes Konzentrations- (oben) und Temperaturfeld (unten) für das GS-Modell für einen Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} einer äquimoleren Cyclohexan/n-Heptan-Mischung. Die modellierte Kanallänge entspricht dabei einer Windung. Als Randbedingung für den Kondensator wurde vollständiger Rücklauf angenommen. Gitterparameter entsprechend dem feinen Gitter ($V = 4$ in Tabelle B.1) im Anhang B.	52
4.7	Links: Verstärkungsfaktor E der Diffusion durch die Dispersion. Rechts: Konzentrationsprofil an Stelle $n_W = 0,5$. Beide für einen Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} einer äquimoleren Cyclohexan/n-Heptan-Mischung. Die modellierte Kanallänge entspricht dabei einer Windung. Als Randbedingung für den Kondensator wurde vollständiger Rücklauf angenommen. Gitterparameter entsprechend dem feinen Gitter ($V = 4$ in Tabelle B.1) im Anhang B.	53
4.8	Einfluss der Kanallänge für einen Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} einer äquimoleren Cyclohexan/n-Heptan-Mischung auf die modellierte Trennleistung. Als Randbedingung für den Kondensator wurde vollständiger Rücklauf angenommen. Gitterparameter entsprechend dem feinen Gitter ($V = 4$ in Tabelle B.1) im Anhang B.	55
4.9	Links: Einfluss der Verdampferleistung bei einer Kanalhöhe von 5 mm auf die Trennleistung. Rechts: Einfluss der modellierten Kanalhöhe für einen Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} auf die Trennleistung. Jeweils für das laminare und GS-Modell. Als Randbedingung für den Kondensator wurde vollständiger Rücklauf angenommen. Die modellierte Kanallänge entspricht einer Windung. Gitterparameter entsprechend dem feinen Gitter ($V = 4$ in Tabelle B.1) im Anhang B.	56

4.10	Einfluss der modellierten Höhe einer porösen Schicht H_{por} für einen Verdampfermassenstrom von $\dot{m} = 150 \text{ g h}^{-1}$ einer äquimolaren Cyclohexan/Hep- tan-Mischung auf die Trennleistung. Als Randbedingung für den Kondensa- tor wurde vollständiger Rücklauf angenommen. Die modellierte Kanallänge entspricht einer Windung. Gitterparameter entsprechend $V = 4$ nach Tabelle B.1 im Anhang B.	57
5.1	Schematische Darstellung der helikalen Rektifikationsapparatur mit der Sys- temgrenze als Beschreibung für den Gestaltungsraum. Ein- und ausgehende Stoff- und Wärmeströme sind mit grünen bzw. orangen Pfeilen dargestellt. In Rot wird die Kraft für die Halterung bezeichnet. Darüber hinaus ist der Wärmestrom \dot{Q} innerhalb des Apparates dargestellt, da dieser eine weitere zu berücksichtigende Größe darstellt.	60
6.1	Schematische Zeichnung des Aufbaues eines typischen Systems nach dem PBF-LB/M-Verfahren.	65
6.2	Schematische Darstellung der BJT/M-Prozesskette.	67
6.3	Grünteile mit typischen Defekten durch die Entpulverung. Links: Testteil mit verschiedenen Wandstärken, die durch direktes Auftreffen der Druckluft zer- stört wurden. Rechts: Testteil aus Röhren mit verschiedenen Durchmessern und Wandstärken. Mit abnehmender Wandstärke und Durchmesser nimmt die Wahrscheinlichkeit eines Defekts bei Druck und Entpulverung zu.	69
6.4	Verfestigtes Pulver nach der Härtung des Binders am Beispiel der HeliDist- Einheit im BJT/M-Design (vgl. auch 8.3). Im vorderen, markierten Bereich ist verfestigtes Pulver aus einem spiralförmigen Kanal dargestellt. Zudem zeigt das teilweise entpulverte Pulverbett im hinteren Teil des Bildes die hohe Stabilität von eben diesem.	69
6.5	Verformungen aus dem Sinterprozess. Links: Aufgrund ungleichmäßiger Reibkräfte. Rechts: Aufgrund des Eigengewichts in Folge mangelnder Ab- stützung.	70
7.1	Prinzipieller Ablauf der Parameterfindung für dünne und gasdichte Überhänge.	73
7.2	(a) Technische Zeichnung des Probekörpers mit Fuß zur Adaption mittels Swagelok©-Schneidringen. (b) 3D-Darstellung. (c) Additiv gefertigter Pro- bekörper mit nachbearbeiteter Dichtfläche. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].	74

7.3	Schematische Darstellung der Belichtungsstrategie. Die Spurbreitenkorrektur korrigiert die Lasertrajektorie um die angenommene Schmelzspurbreite (gelber Punkt), um so die Maßhaltigkeit der Außen- und Innenkontur zu gewährleisten. Stimmt die Spurbreite nicht mit der tatsächlichen überein, kommt es dadurch zu Abweichungen zwischen Modell und gefertigtem Bauteil, wie schematisch durch die graue Linie angedeutet wird. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].	76
7.4	Schematische Darstellung der Wasserdurchflussratenbestimmung. Die umgedrehten Probekörper wurden mit 1 mL Wasser gefüllt und die Durchflussrate mittels einer Präzisionswaage und einer Stoppuhr bestimmt. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].	79
7.5	Bestimmung der Leckagerate mit einem Helium-Lecksucher in der Sprühtechnik. Aus der Leckagerate kann ein äquivalenter Lochdurchmesser d_{LD} abgeschätzt werden. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].	80
7.6	Einfluss des Linienenergieeintrags auf die Leckagerate und den äquivalenten Porendurchmesser nach Gleichung 7.5 für den ersten und zweiten statistischen Versuchsplan (SVP). Adaptiert aus Grinschek et al. [2].	81
7.7	Haupteffektdiagramm der Auswertung des zweiten statistischen Versuchsplans. Dieses visualisiert die modellierten Auswirkungen der Prozessparameter Laserleistung P_{Laser} , Scangeschwindigkeit v_{Laser} und Spurabstand s_{SA} auf die Wasserleckagerate, basierend auf dem vollständigen quadratischen Modell. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].	83
7.8	Interaktionsdiagramm der Prozessparameter Laserleistung P_{Laser} , Scangeschwindigkeit v_{Laser} und Spurabstand s_{SA} auf die Wasserleckagerate, des zweiten statistischen Versuchsplans. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].	84
7.9	Ergebnisse der Rauigkeitsmessung der drei Wiederholungen des zweiten statistischen Versuchsplan. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].	86
7.10	(a) Schematische Darstellung der Tauchüberdruckprüfungen. Die Probe wird unter Wasser mit Stickstoff beaufschlagt und evtl. aufsteigende Blasen optisch detektiert. (b) Positionen der Blasenaustritte bei allen Proben mit dem PS3. Die Größe der grünen Punkte illustriert qualitativ die Größe der aufsteigenden Blasen. Typischerweise hatte eine einzelne Probe nur eine bis drei Defektstellen. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].	88
7.11	Querschnitte von Proben mit unterschiedlichen Defektarten. Defekte aufgrund von Bindefehlern: (a) ZP-Probe des ersten statistischen Versuchsplans (b) einzelne Defektstelle in ZP-Probe des zweiten statistischen Versuchsplans. (c) Mechanische Verformung aufgrund von Spannungen an einer Kontaktstelle zweier Wände. (d) Verformung vermutlich auch durch thermische Effekte im Bauprozess. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].	89

7.12	Versatz der Lasertrajektorien und damit der Schmelzspuren aus zwei aufeinanderfolgenden Schichten einer im Winkel α geneigten Wand. Adaptiert aus Grinschek et al. [2]	90
7.13	Detailaufnahmen der Kontaktstelle der senkrechten zur geneigten Wand an der oberen Spitze der Probekörper: (a) Probekörper mit Parametern des ZP des zweiten statistischen Versuchsplans mit deutlichem Riss bzw. Bindefehler. (b) Verformung und Bindefehler an Probe des zweiten statistischen Versuchsplans mit PS 3. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].	90
7.14	REM-Aufnahmen der schrägen Wände für die Parametersätze 3, 6 und 9 des zweiten statistischen Versuchsplans. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].	92
7.15	Schematische Darstellung der geometrischen Größen aus Tabelle 7.7. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].	92
7.16	Additiv gefertigte Proben mit unterschiedlichen Neigungswinkeln und Scanabständen. Alle Proben wurden mit konstanter Laserleistung $P_{\text{Laser}} = 80 \text{ W}$ und einer Scangeschwindigkeit von $v_{\text{Laser}} = 0,25 \text{ m s}^{-1}$ gefertigt. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].	94
7.17	REM-Aufnahmen der Querschnitte bei verschiedenen Neigungswinkeln. Laserparameter: $P_{\text{Laser}} = 80 \text{ W}$, $v_{\text{Laser}} = 0,25 \text{ m s}^{-1}$ und $d_{\text{SA}} = 72 \mu\text{m}$. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].	94
8.1	Illustrative Darstellung zur Fertigung von spiralförmigen Kanälen mit geringer Höhe mit dem PBF-LB/M-Verfahren. Links: Bei senkrechtem Aufbau der spiralförmigen Kanäle sind Stützstrukturen für die Kanalwände (rot) notwendig. Mitte: Durch die Verkippung der Kanäle werden die Überhänge steiler und hierdurch fertigbar. Rechts: In der Applikation wird dadurch eine Verkippung des Apparates notwendig. Adaptiert aus Grinschek et al. [2].	99
8.2	Schematische Zeichnung der Einbauten zur Durchmischung der Gasphase. Diese befinden sich jeweils nach einer halben Windung. Durch die alternierende Abfolge des größeren freien Strömungsquerschnitte von der inneren Seite zu Außenseite, soll eine zusätzliche Durchmischung der Gasphase erzielt werden.	100
8.3	Regelmäßige Gitterstrukturen (engl. Lattice) zur Flüssigkeitsführung. Links: Einheitszelle der Struktur. Mitte: Gefertigter Testwürfel mit einer charakteristischen Länge von 2 mm. Rechts: Struktur im Apparat.	100
8.4	Links: Seitenansicht einer HeliDist-Einheit der 1. Anschlussgeneration mit farblicher Hervorhebung der Fluidanschlüsse. Das Zentralrohr dient gleichzeitig als Kondensatauslass. Rechts: Ansicht des CAD-Modells mit den Funktionen, die im Spannrahmen integriert wurden. Weitere Abbildung in Anhang E.	102

8.5	Vergleich der Anschlussvarianten für die Ausrichtung in Baurichtung nach oben und nach unten. Um überhängende Flächen in den Anschlüssen zu vermeiden, wurde bei der nach oben gerichteten Variante ein tropfenförmiger Querschnitt genutzt.	102
8.6	Links: Schnittdarstellung der modularen integrierten HeliDist-Einheit. Rechts oben: Mit Glaswolle isolierter Apparat. Links unten: Detailansicht zweier gekoppelter Module. Weitere Abbildungen in Anhang E.	103
8.7	Darstellung des geteilten Apparatkonzepts für die hybride Fertigung. Links: Darstellung des gewonnenen Bauraums (rot) durch die Trennung der Funktionen. Die spiralförmigen Kanäle (grün) benötigen nur einen kleinen Teil des Bauraums.	105
8.8	Dreiteilige hybrid gefertigte HeliDist-Einheit. Weitere Abbildung in Anhang E.	106
8.9	Defekte bei der hybriden additiven Fertigung. Links: Fehlstelle durch Versatz zwischen Einlegeteil und darauf additiv gefertigtem Rahmen. Rechts: Durch thermisch induzierten Verzug während der Belichtung verursachte Verformung des Einlegeteiles, wodurch eine unterschiedliche Aufbauhöhe hervorgerufen wird ($H_1 < H_2$).	107
8.10	Ergebnisse und schematische Illustration der Toleranzkette Einlegeteil-Bauplatte-PBF-LB/M-System.	108
8.11	Unterschiedliche Füllgrade der Einlegeteile zur Untersuchung der Steifigkeit gegenüber den thermisch induzierten Eigenspannungen beim Bauprozess. .	108
8.12	Zeichnung der Bauplattform mit 9 lasergeschnittenen Einlegeteilen. Die Positionierung erfolgt über jeweils zwei 2-mm-Stiftpassungen.	109
8.13	Anschlusskonzept für die kontinuierliche Rektifikation mit Produktabzug. Sobald der Flüssigkeitsfüllstand die Öffnung im Zentralrohr erreicht, wird das Sumpfprodukt abgeführt. Um Austritt von Dampf zu vermeiden, muss in der Produktleitung ein Siphon vorgesehen werden.	110
8.14	(a) Schnittansicht des ersten BJT/M-Designs angelehnt an den Entwurf für das PBF-LB/M-Verfahren. Deutlich zu erkennen ist die größere Wandstärke aufgrund der Fragilität des Grünkörpers. Dagegen kann der spiralförmige Kanal ohne Verkippung gedruckt werden. (b) Vergleich des Grünkörpers (links) mit dem gesinterten Apparat (rechts). Der signifikante Schrumpf beim Sintern ist klar erkennbar. Des Weiteren sind die offenen (Grünkörper) und verschlossenen rechteckigen Entpulverungsöffnungen im gesinterten Apparat sichtbar. Abbildung aus Grinschek et al. [4].	111

8.15	Für das BJT/M-Verfahren optimiertes Design: Außenansicht (links) und Schnittdarstellung (rechts). Im Vergleich zum ersten Design wurde mit der modularen Bauweise über Schraubgewinde die Entpulverung merklich vereinfacht. Daneben wurde auf einen symmetrischen Aufbau geachtet, um einen gleichmäßigen Schrumpf beim Sintern zu erreichen. Abbildung aus Grinschek et al. adaptiert [4].	112
8.16	Erfolgreich mit dem BJT/M-Verfahren hergestellte HeliDist-Einheit mit 6 Windungen und einer Ganghöhe von 5 mm im für das BJT/M-Verfahren optimierten Design.	113
8.17	Vergleich der Fertigungszeit für eine HeliDist-Einheit mit 12 Windungen und einer Ganghöhe von 5 mm. Bei der Berechnung der Fertigungszeiten wurde immer von einer Apparatur pro Bauprozess ausgegangen. In grün schraffiert ist die Beschichtungszeit, d. h. die Zeit für das Aufbringen einer neuen Pulverschicht durch den Rakel, dargestellt.	114
8.18	Darstellung des Fertigungszykluses.	115
9.1	Fließbild der Testanlage zur Charakterisierung von Rektifikationsapparaturen bei verschiedenen Neigungswinkeln α bei totalem Rückfluss.	120
9.2	Auswahl der hergestellten HeliDist-Einheiten. Teilweise mit Temperatursensoren und Isolation. Metrischer Sechskantschlüsselsatz als Größenvergleich. Foto: Amadeus Bramsiepe, KIT.	121
9.3	Beispielhafte Darstellung von zwei angebrachten miniaturisierten PT100-Temperatursensoren am Brüdenauslass und am Kondensateinlass einer HeliDist-Einheiten der zweiten Anschlussgeneration.	125
10.1	Ergebnissen der Bestimmung des statischen Flüssigkeitsinhaltes. Links: Für HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration in Abhängigkeit der Windungszahl n_W . Rechts: Einfluss der Höhe der Gitterstruktur auf der unteren Seite des Kanals (vgl. auch 8.2.2) mit einer Einheitszellengröße von 2 mm und einer Ganghöhe P von 4 mm bzw. 5 mm mit jeweils 12 Windungen. Beide lineare Regressionen wurden mit einer exponentiellen Gewichtung der Standardabweichung der Messwerte durchgeführt.	132
10.2	Ergebnis der Wärmeverlustbestimmung in Abhängigkeit des Verdampfermassenstroms für die Isolation mit Glasfaser- oder Aerogelfasermatten oder einer Schüttung aus Aerogelbruchstücken. Jeweils für eine HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit 9 Windungen und einer Kanalhöhe von 5 mm ohne Begleitbeheizung. Die Versuche wurden mit reinem Cyclohexan durchgeführt.	134

10.3	Ergebnis der Wärmeverlustbestimmung. Links: Ergebnisse der Messungen für eine HeliDist-Einheit V2 mit 9 Windungen und einer Kanalhöhe von 5 mm ohne Begleitbeheizung des Mantels mit Reinstoffen mit verschiedenen Siedetemperaturen t_{Siede} (vgl. auch Tabelle 9.3). Rechts: Einfluss der Mantelfläche A_{Mantel} des helikalen Kanals auf die Wärmeverluste \dot{Q}_L für HeliDist-Einheit der zweiten bzw. (*) dritten Anschlussgeneration. Ergebnisse der linearen Regression für n-Octan: $\dot{Q}_L = (0,036 \pm 0,005 \text{ W mm}^{-2}) \cdot A_{\text{Mantel}} + 6,1 \pm 0,5 \text{ W}$ und n-Heptan: $\dot{Q}_L = (0,023 \pm 0,006 \text{ W mm}^{-2}) \cdot A_{\text{Mantel}} + 4,6 \pm 0,6 \text{ W}$	135
10.4	Ergebnis der Wärmeverlustbestimmung in Abhängigkeit der Temperaturdifferenz zwischen Regeltemperatur der Begleitbeheizung und Siedetemperatur der Reinstoffen t_{Siede} (vgl. auch Tabelle 9.3) für eine HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit 9 Windungen.	136
10.5	Ergebnisse der Rektifikationsversuche bei totalem Rücklauf mit verschiedenen HeliDist-Einheiten der ersten Anschlussgeneration mit 2 bis 16 Windungen für eine Belastung von $\dot{m}_{\text{VD}} = 150 \text{ g h}^{-1}$ und $\dot{m}_{\text{VD}} = 200 \text{ g h}^{-1}$	140
10.6	Ergebnisse der Rektifikationsversuche bei totalem Rücklauf mit verschiedenen HeliDist-Einheiten der ersten und zweiten Anschlussgeneration mit 2 bis 16 Windungen für eine Belastung von $\dot{m}_{\text{VD}} = 150 \text{ g h}^{-1}$. Die Bezeichnung der gekoppelten Einheiten wird in Abbildung 10.7 erklärt.	141
10.7	Illustrative Darstellung der Bedeutung und der Bezeichnung der gekoppelten Apparate am Beispiele eines Apparates mit 12 Windungen. „X+Y+Z“ beschreibt dabei gekoppelte Einheiten mit X Windungen im unteren, Y Windungen im mittleren und Z im oberen Apparat.	141
10.8	Ergebnisse der Rektifikationsversuche bei totalem Rücklauf mit verschiedenen HeliDist-Einheiten der dritten Anschlussgeneration mit 8 bis 20 Windungen für einen Verdampfermassenstrom von $\dot{m}_{\text{VD}} = 150 \text{ g h}^{-1}$ bis $\dot{m}_{\text{VD}} = 320 \text{ g h}^{-1}$. Die Kanalhöhe betrug 4 mm.	143
10.9	Ergebnisse der Rektifikationsversuche bei totalem Rücklauf mit verschiedenen HeliDist-Einheiten der dritten Anschlussgeneration mit 16 Windungen und einer Kanalhöhe von 4 mm für eine Belastung von $\dot{m}_{\text{VD}} = 150 \text{ g h}^{-1}$ bis $\dot{m}_{\text{VD}} = 350 \text{ g h}^{-1}$. Die Bedeutung der Bezeichnung der gekoppelten Einheiten wird in Abbildung 10.7 erklärt.	143
10.10	Ergebnisse der lokalen Temperaturmessung bei Rektifikationsversuchen bei totalem Rücklauf mit einer HeliDist-Einheit der dritten Anschlussgeneration mit 20 Windungen für verschiedene Verdampfermassenströme. Die miniaturisierten PT100-Temperatursensoren wurden dabei mittig auf die Windung bei der Windungslaufzahl n_W (vom Kopf der Kolonne aus gezählt) angebracht.	144

10.11	Theoretische Trennstufenzahl n_{theo} pro Windung in Abhängigkeit der Winkelabweichung $\Delta\alpha$ für eine Windungszahl von $n_{\text{W}} = 4, 8$ und 12 bei einem Verdampfermassenstrom von $\dot{m}_{\text{VD}} = 150 \text{ g h}^{-1}$ bzw. F -Faktor von $0,05 \text{ Pa}^{0,5}$.	146
10.12	Links: Illustration der Auswirkung der Verkippung der Apparate auf den Füllstand im Sumpf. Rechts: Änderung des relativen Flüssigkeitsinhaltes bei Verkippung.	147
10.13	Strömungsvisualisierung in einer HeliDist und blau gefärbtem Cyclohexan mit einem $\dot{m}_{\text{VD}} = 150 \text{ g h}^{-1}$. Die Bilder zeigen Einheiten mit unterschiedlichen Neigungen von $\alpha = 40^\circ, 45^\circ$ und 50° . Die gelben Linien zeigen die Neigung des äußeren Pfades auf der Helix des Kanals an. Die durchgezogenen Linien stellen die vorderste Linie in Blickrichtung dar und die gestrichelte Linie die hintere Linie (siehe auch Abbildung 10.2).	148
10.14	Asymmetrischer Querschnitt des Kanals: Die roten Markierungen zeigen die stumpfen Winkel an und die grünen Markierungen einen spitzen Winkel.	149
10.15	Anzahl der theoretischen Trennstufen n_{theo} pro Windung in Abhängigkeit der Winkelabweichung $\Delta\alpha$ für eine Windungszahl von $n_{\text{W}} = 12$ und einer Ganghöhe von $H_{\text{K}} = 4 \text{ mm}$ bei einem Verdampfermassenstrom von $\dot{m}_{\text{VD}} = 150 \text{ g h}^{-1}$, $\dot{m}_{\text{VD}} = 220 \text{ g h}^{-1}$ und $\dot{m}_{\text{VD}} = 270 \text{ g h}^{-1}$ bzw. F -Faktor von $0,05 \text{ Pa}^{0,5}$, $0,08 \text{ Pa}^{0,5}$ und $0,10 \text{ Pa}^{0,5}$.	150
10.16	Ergebnis der Wärmeverlustbestimmung in Abhängigkeit der Begleitbeheizungstemperaturdifferenz. Ergebnisse der Messungen für eine HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit 9 Windungen mit Reinstoffen mit der Siedetemperaturen t_{Siede} (vgl. auch Tabelle 9.3).	151
10.17	Trennleistung der zweiten Generation der HeliDist-Einheit bis zum Flutpunkt für 12 Windungen bei variabler Ganghöhe bei einer Verkippung von 5° . Zum Vergleich sind die Werte einer HeliDist-Einheit mit einer Kanalhöhe von 6 mm ohne Verkippung dargestellt. Aufgrund des begrenzten Bauraumes sind bei einer Kanalhöhe von 6 mm maximal 9 Windungen möglich. Die Trennstufenzahl wurde daher durch lineare Extrapolation der gemessenen Werte bei 9 Windungen auf 12 Windungen ermittelt.	153
10.18	Graphische Auswertung des kontinuierlichen Rektifikationsversuchs mit einer HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit acht Windungen, basierend auf der McCabe-Thiele-Methode. Rechts: Detailausschnitt des linken Diagramms. In Orange die Auftriebsgerade, in Blau die Abtriebsgerade und in Rot die Zufuhrgerade. In Grün sind die theoretischen Trennstufen eingezeichnet. Die Produktzufuhr erfolgte flüssig unterkühlt auf Höhe $n_{\text{W}} = 4$.	154

10.19	Relativer Druckverlust bei Variation des Verdampfermassenstroms für das Testsystem Cyclohexan/n-Heptan. Jeweils für eine HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration und der dritten Anschlussgeneration mit zusätzlich von 2 mm auf 5 mm erweitertem Querschnitt der Zu- und Ableitungen. Anzahl der Windungen jeweils zwölf. Die Druckdifferenz bezieht sich dabei auf den gemessene Druck p_{ref} im Sumpf der HeliDist-Einheit bei einem Verdampfermassenstrom von $\dot{m}_{VD} = 150 \text{ g h}^{-1}$ bei gleichem Füllstand.	156
10.20	Ermittelte Trennleistung für HeliDist-Einheit mit Durchmischungselementen. Werte jeweils bei einem F -Faktor von $F = 0,05 \text{ Pa}^{0,5}$. Links: In Abhängigkeit der Windungszahl. Rechts: In Abhängigkeit der Verkippung bei einer Windungszahl von 12.	158
10.21	Experimentell bestimmte theoretische Trennstufenzahl für HeliDist-Einheiten der zweiten Anschlussgeneration mit jeweils $n_W = 12$ und $P = 5 \text{ mm}$ und mit einer regelmäßigen Gitterstruktur am Kanalboden von $H_{RG} = 0,25 \text{ mm}$, $0,75 \text{ mm}$ und $1,25 \text{ mm}$. Volle Symbole bezeichnen dabei Messwerte für eine Montage mit einer Verkippung von $\Delta\alpha_M = 5^\circ$ und offene für eine Montage mit $\Delta\alpha_M = 0^\circ$. Die Gitterstruktur hat eine Einheitszellengröße von 2 mm (vgl. hierzu auch Kapitel 8.2.2). Die Vergleichswerte für den Fall ohne Gitterstruktur beziehen sich auf eine Verkippung von $\Delta\alpha_M = 5^\circ$	160
10.22	Vergleich der experimentell bestimmten theoretische Trennstufenzahl für eine HeliDist-Einheit der dritten Anschlussgeneration mit jeweils 12 Windungen und unterschiedlicher Position der regelmäßigen Gitterstruktur für eine Kanalhöhe von 4 mm und 5 mm. Die regelmäßige Gitterstruktur hatte eine Einheitszellengröße von 2 mm und eine Höhe von 1,25 mm (nur am Kanalboden) bzw. 0,625 mm (allseitig).	161
10.23	Vergleich der modellierten Trennstufenanzahl mit der experimentell bestimmten Trennstufenzahl aus Abbildung 10.17. Die Werte sind jeweils auf eine Anzahl von 12 Windungen bezogen. Es wurde das HA-Modell mit dem laminaren GS-Modell berechnet. Aus der Differenz der theoretischen Trennstufenzahl für eine Windungszahl von 1,0 und 1,5 wurden die Werte linear extrapoliert (vgl. dazu auch Abschnitt 4).	163
10.24	Vergleich der experimentell bestimmten Trennleistung für die HeliDist-Einheiten mit verschiedenen Destillations- und Rektifikationsapparaturen hinsichtlich ihrer volumetrischen Trenneffizienz (Gleichung 2.14). Die diagonalen Linien zeigen den Einfluss des Numbering-ups auf diesen Faktor nach Gleichung 2.15. Daten aus Zhang et al. [100], Tonkovich et al. [55, 67, 68], Hartmann et al. [96], Podbielniak [86], Sundberg et al. [77], Bottenus et al. [76], Sulzer [54], Kim et al. [70].	165

11.1	Entwurf von HeliDist-Einheiten der dritten Anschlussgeneration mit einer hexagonalen Grundfläche für das Numbering-up. Links: Einzelansicht. Rechts: Drei parallele Module.	172
A.1	Darstellung der senkrechten Helix nach Gleichung A.1 mit der Ganghöhe P und dem Radius R	175
A.2	Darstellung einer Schraubenlinie nach Gleichung A.5 bei der die Zentralachse um 45° um die x_2 -Achse verkippt wurde.	176
A.3	Relative Kanalbreite durch die Verkippfung der Schraubenlinie nach Gleichung A.7.	178
A.4	Verzerrung der Projektionsfläche auf die x_1 - x_2 -Ebene zu einer Ellipse aufgrund der Verkippfung der Wendelfläche.	178
C.1	Ergebnisse der PGV von neuem Pulver und Pulver das mehrfach recycled wurde.	181
C.2	REM-Bild von frischem und mehrfach recycletem Pulver.	182
E.1	HeliDist-Einheit der ersten Anschlussgeneration mit 4 Windungen.	185
E.2	Seitenansicht einer HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit 12 Windungen.	186
E.3	Sumpfansicht einer HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit 12 Windungen.	187
E.4	Kopfansicht einer HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit 12 Windungen.	187
E.5	Bild des Aufbaus einer HeliDist-Einheit der dritten Anschlussgeneration mit 20 Windungen aus Mittelmodul mit 12 Windungen. Kopf- und Sumpfmodul jeweils 4 Windungen.	188
E.6	Detailansicht Flansch mit Schrauben.	189
E.7	Detailansicht oberer Flansch mit teilweise eingelegter Dichtung einer HeliDist-Einheit der 3. Anschlussgeneration	189
E.8	Ansicht eines erodierten Schnitts durch eine HeliDist-Einheit der 3. Anschlussgeneration.	190
F.1	Sinterverzug aufgrund des Eigengewicht. Am Übergang des Gewindes in den zylinderrischen Teil kam es aufgrund des Eigengewichts zu einer Verformung mit Rissbildung.	191
F.2	Sinterverzug aufgrund des Eigengewichts an einem Anschluss aufgrund fehlender Abstützung.	192
G.1	Ergebnisse der Kontaktwinkelmessung mit Wasser an Oberflächen mit verschiedenen Überhangwinkeln α	194

H.1	Position der Temperatursensoren in der Draufsicht auf die HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit 5 Windungen. Die Sensoren wurden in den Zwischenräumen des Stützrahmens in einer Tiefe von etwa 15 mm angebracht. Die Regelung erfolgte durch eine Messung zwischen Punkt 1 und 2.	195
H.2	Ergebnisse der Temperaturmessungen der Punkte 1 bis 11 bei drei verschiedenen Regeltemperaturen der Begleitbeheizung.	196
I.1	Anlagenfließbild des Teststandes für Versuche mit kontinuierlichem Produktabzug.	197
J.1	Schnittdarstellung von HeliDist der zweiten Anschlussgeneration mit Pneumatikschneilkupplung. In Rot markiert: Verengung des Strömungsquerschnitts.	199

Tabellenverzeichnis

2.1	Vergleich der unterschiedlichen Konzepte für konventionelle und mikrostrukturierte Destillations- und Rektifikationsapparaturen. Tabelle zitiert aus Zio-gas et al. [55] (©2011 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim) und vergleichend erweitert um helikale Mikrodestillationsapparate. Detaillierte Beschreibung nachfolgend in Abschnitt 2.2.1 für die vertikale Ausrichtung von konventionellen und Mikrorektifikationsapparaturen, in Abschnitt 2.2.2 für die horizontale und in Abschnitt 2.2.3 für die helikale Ausrichtung. Ge-strichelte Linien zeigen die hauptsächliche Strömungsrichtung in porösen Medien an.	14
4.1	Übersicht über die entwickelten und untersuchten fluidodynamischen Modelle.	41
5.1	(Haupt-)Anforderungsliste für die Konstruktion der Rektifikationsapparatur. Dabei wird nach F und W unterschieden. Daneben werden die Anforderun-gen noch als VT, FT bzw. Mech kategorisiert.	61
6.1	Gestaltungsrichtlinien für das PBF-LB/M-Verfahren mit dem Werkstoff 1.4404 [25, 26].	65
6.2	Gestaltungsrichtlinien des Herstellers für das genutzte Digital Metal P2500 System. Die Größenangaben beziehen sich auf die fertigen Teile [164]. . . .	68
7.1	Nicht veränderte Prozessparameter.	77
7.2	Prozesswerte der Faktorstufen des ersten statistischen Versuchsplans.	77
7.3	Prozesswerte der Faktorstufen des zweiten statistischen Versuchsplans. . . .	77
7.4	Aufbau der statistischen Versuchspläne mit den einzelnen Faktorstufen entsprechend den Tabellen 7.2 und 7.3. Stufen entnommen aus [189, 190].	78
7.5	Ergebnisse der He-Leckagerate-Bestimmung für die drei Wiederholungsver-suche des zweiten SVP.	87
7.6	Ergebnisse der Wiederholungsmessungen der Proben mit PS 3 und 9 des zweiten statistischen Versuchsplans. Es wurden jeweils 8 Proben über ver-schiedene Baujobs verteilt, um die Robustheit gegenüber Einflüssen von anderen Teilen zu untersuchen. Zudem wurden jeweils 5 bzw. 10 Proben in einem Baujob gefertigt. Angegeben ist, wie viele Proben dabei mindestens eine Leckagestelle aufwiesen.	87

7.7	Aus den REM-Aufnahmen der Querschliffe bestimmte Wandstärken s , Schmelzspurbreiten s_{SSB} und Schmelzbreiten s_{SB} . Der geometrische Zusammenhang dieser Größen ist in Abbildung 7.15 dargestellt.	93
8.1	Mittlere Abweichung in z -Richtung nach Druck eines 10 mm hohen dünnwandigen Rahmens auf ein lasergeschnittenes Teil mit den Konturen aus Abbildung 8.11.	108
8.2	Typische Fertigungszeit der HeliDist-Einheit mit dem BJT/M-Verfahren. Die Zeiten beziehen sich auf 6 Mittelmodule mit zugehörigen Anschlussmodulen für Sumpf und Kopf.	116
8.3	Kostenrechnung für die Fertigung der HeliDist-Einheiten mit dem PBF-LB/M-Verfahren.	116
8.4	Kostenrechnung für die Fertigungskosten mit dem BJT/M-Verfahren für die Herstellung von sechs Modulen mit jeweils sechs Windungen und einer Kanalhöhe von 5 mm.	117
9.1	Untersuchte HeliDist-Einheiten mit zugehörigem Versuchsziel. Die Anschlussgenerationen und Einbauten werden detailliert in Kapitel 8 dargelegt. . . .	123
9.2	Bezeichnung, Hersteller und Wärmeleitfähigkeit der verwendeten Isoliermaterialien.	125
9.3	Siedepunkte der verwendeten Stoffe für die Wärmeverlustbestimmung bei Standardbedingungen. Alle Chemikalien wurden von Fisher Scientific (Belgien) mit einer Reinheit besser 99,5 % beschafft.	128
10.1	Ergebnisse der experimentellen Bestimmung der Trennleistung von HeliDist-Einheiten der 1. Anschlussgeneration mit 4 Windungen und verschiedenen H_K bei totalem Rücklauf mit dem Textsystem Cyclohexan/n-Heptan. . . .	137
10.2	Ergebnisse der Temperaturmessungen an einer HeliDist-Einheit der dritten Anschlussgeneration mit 20 Windungen für einen Verdampfermassenstrom von $\dot{m}_{VD} = 150 \text{ g h}^{-1}$ und $\dot{m}_{VD} = 320 \text{ g h}^{-1}$. Die miniaturisierten PT100-Temperatursensoren wurden dabei mittig auf die Windung bei der Windungslaufzahl n_W (vom Kopf der Kolonne aus gezählt) angebracht. Die Zusammensetzung an dieser Stelle wurde mit Hilfe der Gleichung 2.1 berechnet und daraus die theoretische Trennstufenzahl zwischen zwei Temperaturmessstellen ermittelt.	145
10.3	Flutpunkte für unterschiedliche Kanalhöhen. Die Gasbelastung ist bezogen auf die Querschnittsfläche des Außenrohrs mit einem Durchmesser von 25 mm. Der zweite F-Faktor ist bezogen auf die Kanalfläche des einzelnen helikalen Kanals (vgl. hierzu auch Anhang A).	153

10.4	Zusammensetzung und Massenströme der ein- und ausgehenden Ströme des Versuchs bei endlichem Rücklaufverhältnis. Die Verdampferleistung lag bei $\dot{m}_{VD} = 150 \text{ g h}^{-1}$ bzw. einem F -Faktor von $F = 0,05 \text{ Pa}^{0,5}$. Das Rücklaufverhältnis bezogen auf den Kondensatstrom am Kopf betrug $v = 8,6$. Verwendet wurde eine HeliDist-Einheit der zweiten Anschlussgeneration mit $n_W = 8$ und $P = 5 \text{ mm}$. Feedzufuhr auf Höhe $n_W = 4$	155
10.5	Experimentell bestimmte Trennleistung für eine HeliDist-Einheit der dritten Anschlussgeneration mit einer Windungszahl von 20 für das Testsystem Cyclohexan/ <i>n</i> -Heptan. Der F -Faktor ist auf die Querschnittsfläche des Außenrohres (Durchmesser 25 mm) bezogen. Die verwendete Gitterstruktur hatte eine Einheitszellengröße von 2 mm und eine Höhe von 0,625 mm und war an allen Seiten des Kanals angebracht.	160
10.6	Stoffdaten der untersuchten Testsysteme Cyclohexan/ <i>n</i> -Heptan und Methanol/Wasser im Vergleich. Stoffdaten aus [113]. Oberflächenspannung bei $t = 20^\circ\text{C}$	167
10.7	Ausgewählte Ergebnisse der Bestimmung mit Methanol/Wasser. Jeweils bei einem Verdampfermassenstrom von 150 g h^{-1} . Die untersuchten HeliDist-Einheiten hatten eine Kanalhöhe von $H_K = 5 \text{ mm}$	167
B.1	Gitterabstände für das grobe Gitter und resultierende Zahl an Zellen N_{Gitter} für den Referenzfall mit dem laminaren Grenzschichtmodell (GS-Modell). .	179
B.2	Berechnete Werte für n_{theo} für verschiedene Gitterabstände für den Referenzfall für das GS- und das laminare Modell.	180
B.3	Ergebnisse der Gitterunabhängigkeitsstudie und abgeschätzte Werte für den Gitterfehler für das feine und mittlere Gitter für beide Modelle basierend auf den Ergebnissen aus Tabelle B.2.	180
C.1	Chemische Zusammensetzung nach einer OES-Analyse eines Testwürfels hergestellt mit dem PBF-LB/M-System.	182
D.1	Einstellung und Messmethode des verwendeten GC Agilent G1530A.	183

Literaturverzeichnis

- [1] Fabian Grinschek, Dongxu Xie, Michael Klumpp, Manfred Kraut, Edgar Hansjosten und Roland Dittmeyer. „Regular Microstructured Elements for Intensification of Gas–Liquid Contacting Made by Selective Laser Melting“. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 59.9 (2020), S. 3736–3743. DOI: 10.1021/acs.iecr.9b04548.
- [2] Fabian Grinschek, Amal Charles, Ahmed Elkaseer, Christoph Klahn, Steffen G. Scholz und Roland Dittmeyer. „Gas-tight means zero defects - design considerations for thin-walled fluidic devices with overhangs by laser powder bed fusion“. *Materials & Design* 223 (2022), S. 111174. DOI: 10.1016/j.matdes.2022.111174.
- [3] Fabian Grinschek, Bradley Ladewig, Alexander Navarrete Munoz, Christoph Klahn und Roland Dittmeyer. „Getting Chemical and Biochemical Engineers Excited about Additive Manufacturing“. *Chemie Ingenieur Technik* 94.7 (2022), S. 931–938. DOI: 10.1002/cite.202200010.
- [4] Fabian Grinschek, Sören Dübal, Christoph Klahn und Roland Dittmeyer. „Einfluss des additiven Fertigungsverfahrens auf die Gestalt einer Mikrorektifikationsapparatur“. *Chemie Ingenieur Technik* 94.7 (2022), S. 958–966. DOI: 10.1002/cite.202200011.
- [5] Fabian Grinschek, Jannik Betz, Chen-Mei Chiu, Sören Dübal, Christoph Klahn und Roland Dittmeyer. „Additive manufactured helical micro distillation units for modular small-scale plants“. *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification* 208 (2025), S. 110113. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cep.2024.110113>.
- [6] IPCC. „Climate Change 2022: Mitigation of Climate Change. Contribution of Working Group III to the Sixth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change“. Hrsg. von P. R. Shukla, J. Skea, R. Slade, A. Al Khourdajie, R. van Diemen, D. McCollum, M. Pathak, S. Some, P. Vyas, R. Fradera, M. Belkacemi, A. Hasija, G. Lisboa, S. Luz und J. Malley. Cambridge, UK und New York, NY, USA: Cambridge University Press, 2022. DOI: 10.1017/9781009157926.
- [7] Florian Ausfelder und Hanna Dura, Hrsg. *Optionen für ein nachhaltiges Energiesystem mit Power-to-X-Technologien. Nachhaltigkeitseffekte - Potenziale Entwicklungsmöglichkeiten : 2. Roadmap des Kopernikus-Projektes "Power-to-X": Flexible Nutzung erneuerbarer Ressourcen (P2X)*. 1. Aufl. Frankfurt am Main: DECHEMA Gesellschaft für Chemische Technik und Biotechnologie e.V, 2019.

- [8] Hannah Kirsch, Lucas Brübach, Marcel Loewert, Michael Riedinger, Alexander Gräfenhahn, Tim Böltken, Michael Klumpp, Peter Pfeifer und Roland Dittmeyer. „CO₂ –neutrale Fischer–Tropsch–Kraftstoffe aus dezentralen modularen Anlagen: Status und Perspektiven“. *Chemie Ingenieur Technik* 92.1-2 (2020), S. 91–99. DOI: 10.1002/cite.201900120.
- [9] George A. Olah. „Beyond oil and gas: the methanol economy“. *Angewandte Chemie (International ed. in English)* 44.18 (2005), S. 2636–2639. DOI: 10.1002/anie.200462121.
- [10] Friedrich Asinger. „Methanol — Chemie und Energierohstoff“. In: *Methanol — Chemie- und Energierohstoff*. Hrsg. von Friedrich Asinger. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1986, S. 1–9. DOI: 10.1007/978-3-642-70763-6_1.
- [11] Temporärer ProcessNet-Arbeitskreis „Modulare Anlagen“, Hrsg. „Modular Plants Flexible chemical production by modularization and standardization – status quo and future trends“. Frankfurt: DECHEMA e.V., 2016.
- [12] T. Bieringer, S. Buchholz und N. Kockmann. „Future Production Concepts in the Chemical Industry: Modular - Small-Scale - Continuous“. *Chemical Engineering & Technology* 36.6 (2013), S. 900–910. DOI: 10.1002/ceat.201200631.
- [13] Gunther Kolb. „Review: Microstructured reactors for distributed and renewable production of fuels and electrical energy“. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 65 (2013), S. 1–44. DOI: 10.1016/j.cep.2012.10.015.
- [14] Arno de Klerk, Garima Chauhan, Cibele Halmenschlager, Felix Link, Natalia Montoya Sánchez, Brian Gartley, Hanan E. M. El-Sayed, Ranjit Sehdev und Rick Lehoux. „Sustainable aviation fuel: Pathways to fully formulated synthetic jet fuel via Fischer–Tropsch synthesis“. *Energy Science & Engineering* (2023). DOI: 10.1002/ese3.1379.
- [15] Arno de Klerk. „Fischer–Tropsch fuels refinery design“. *Energy & Environmental Science* 4.4 (2011), S. 1177. DOI: 10.1039/C0EE00692K.
- [16] Aarne Sundberg, Petri Uusi-Kyyny und Ville Alopaeus. „Novel micro-distillation column for process development“. *Chemical Engineering Research and Design* 87.5 (2009), S. 705–710. DOI: 10.1016/j.cherd.2008.09.011.
- [17] Julia Riese, Andreas Hoff, Jürgen Stock, Andrzej Górak und Marcus Grünewald. „Separation Units 4.0 – Trennapparate heute und morgen“. *Chemie Ingenieur Technik* 92.7 (2020), S. 818–830. DOI: 10.1002/cite.202000032.
- [18] Petri Uusi-Kyyny, Saeed Mardani und Ville Alopaeus. „6. Process intensification for microdistillation using the equipment miniaturization approach“. In: *Process Synthesis and Process Intensification*. Hrsg. von Ben-Guang Rong. De Gruyter, 2017, S. 213–240. DOI: 10.1515/9783110465068-006.
- [19] Thomas Gietzelt, Lutz Eichhorn, Torsten Wunsch, Cornelia Schorle, Manfred Kraut und Roland Dittmeyer. „Laserschweißen von Multilagen-Blechstapeln aus Dünnschichten zur Herstellung mikrostrukturierter verfahrenstechnischer Apparate“. *Chemie Ingenieur Technik* (2013), S. 1624–1631. DOI: 10.1002/cite.201200181.

- [20] Jogender Singh, Alejandro Montesinos-Castellanos und K. D. P. Nigam. „Process Intensification for Compact and Micro Heat Exchangers through Innovative Technologies: A Review“. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 58.31 (2019), S. 13819–13847. DOI: 10.1021/acs.iecr.9b02082.
- [21] T. Gietzelt, V. Toth, T. Wunsch und M. Kraut. „Evaluation of Different Routes for Manufacturing of Micro Process Devices“. In: *1st International Conference on Engineering Manufacture 2022*. Hrsg. von Lucas F. M. Da Silva, Digavalli Ravi Kumar, Maria de Fátima Reis Vaz und Ricardo J. C. Carbas. Proceedings in Engineering Mechanics. Cham: Springer International Publishing, 2023, S. 87–103. DOI: 10.1007/978-3-031-13234-6_7.
- [22] J. J. Brandner, E. Anurjew, L. Bohn, E. Hansjosten, T. Henning, U. Schygulla, A. Wenka und K. Schubert. „Concepts and realization of microstructure heat exchangers for enhanced heat transfer“. *Experimental Thermal and Fluid Science* 30.8 (2006), S. 801–809. DOI: 10.1016/j.expthermflusci.2006.03.009.
- [23] Addison K. Stark. „Manufactured chemistry: Rethinking unit operation design in the age of additive manufacturing“. *AIChE Journal* 64.4 (2018), S. 1162–1173. DOI: 10.1002/aic.16118.
- [24] Andreas Kirchheim, Hans-Jörg Dennig und Livia Zumofen. „Why Education and Training in the Field of Additive Manufacturing is a Necessity“. In: *Industrializing Additive Manufacturing - proceedings of Additive Manufacturing in Products and Applications - AM-PA2017* (Cham, 2018). Hrsg. von Christoph Klahn und Mirko Meboldt. Cham, Switzerland: Springer, 2018, S. 329–336.
- [25] Christoph Klahn und Mirko Meboldt, Hrsg. *Additive Fertigung*. 2. Aufl. Klahn, Christoph (HerausgeberIn) Meboldt, Mirko (HerausgeberIn). Würzburg: Vogel Communications Group, 2020. 1 S.
- [26] Olaf Diegel, Axel Nordin und Damien Motte. „A Practical Guide to Design for Additive Manufacturing“. Singapore: Springer Singapore, 2019. DOI: 10.1007/978-981-13-8281-9.
- [27] Ali Davoudinejad, Yukui Cai, David Bue Pedersen, Xichun Luo und Guido Tosello. „Fabrication of micro-structured surfaces by additive manufacturing, with simulation of dynamic contact angle“. *Materials & Design* 176 (2019), S. 107839. DOI: 10.1016/j.matdes.2019.107839.
- [28] Bernhard Gutmann, Manuel Köckinger, Gabriel Glotz, Tania Ciaglia, Eyke Slama, Matej Zadavec, Stefan Pfanner, Manuel C. Maier, Heidrun Gruber-Wölfler und C. Oliver Kappe. „Design and 3D printing of a stainless steel reactor for continuous difluoromethylations using fluoroform“. *Reaction Chemistry & Engineering* 2.6 (2017), S. 919–927. DOI: 10.1039/C7RE00176B.
- [29] Cesar Parra-Cabrera, Clement Achille, Simon Kuhn und Rob Ameloot. „3D printing in chemical engineering and catalytic technology: structured catalysts, mixers and reactors“. *Chemical Society reviews* 47.1 (2018), S. 209–230. DOI: 10.1039/c7cs00631d.
- [30] Christian H. Hornung. „The art of manufacturing molecules“. *Science (New York, N.Y.)* 359.6373 (2018), S. 273–274. DOI: 10.1126/science.aar4543.

- [31] Isabel Díaz Amores, Joamin González-Gutiérrez, I. Martínez García, José M. Franco und Crispulo Gallegos. „3D printing – Present and future – A Chemical Engineering perspective“. *Chemical Engineering Research and Design* 187 (2022), S. 598–610. DOI: 10.1016/j.cherd.2022.08.049.
- [32] Kristina M. Zentel, Marcel Fassbender, Werner Pauer und Gerrit A. Luinstra. „3D printing as chemical reaction engineering booster“. In: *Advances in Polymer Reaction Engineering*. Bd. 56. Advances in Chemical Engineering. Elsevier, 2020, S. 97–137. DOI: 10.1016/bs.ache.2020.08.002.
- [33] Gang Wang, Yu Gu, Luhaibo Zhao, Jin Xuan, Gaofeng Zeng, Zhiyong Tang und Yuhan Sun. „Experimental and numerical investigation of fractal-tree-like heat exchanger manufactured by 3D printing“. *Chemical Engineering Science* 195 (2019), S. 250–261. DOI: 10.1016/j.ces.2018.07.021.
- [34] Jan H.K. Haertel und Gregory F. Nellis. „A fully developed flow thermofluid model for topology optimization of 3D-printed air-cooled heat exchangers“. *Applied Thermal Engineering* 119 (2017), S. 10–24. DOI: 10.1016/j.applthermaleng.2017.03.030.
- [35] Shi Zeng und Poh Seng Lee. „Topology optimization of liquid-cooled microchannel heat sinks: An experimental and numerical study“. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 142 (2019), S. 118401. DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2019.07.051.
- [36] C. Hurt, M. Brandt, S. S. Priya, T. Bhatelia, J. Patel, PR. Selvakannan und S. Bhargava. „Combining additive manufacturing and catalysis: a review“. *Catalysis Science & Technology* 7.16 (2017), S. 3421–3439. DOI: 10.1039/C7CY00615B.
- [37] Markus Lämmermann, Giulia Horak, Wilhelm Schwieger und Hannsjörg Freund. „Periodic open cellular structures (POCS) for intensification of multiphase reactors: Liquid holdup and two-phase pressure drop“. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 126 (2018), S. 178–189. DOI: 10.1016/j.cep.2018.02.027.
- [38] Enrico Bianchi, Wilhelm Schwieger und Hannsjörg Freund. „Assessment of Periodic Open Cellular Structures for Enhanced Heat Conduction in Catalytic Fixed-Bed Reactors“. *Advanced Engineering Materials* 18.4 (2016), S. 608–614. DOI: 10.1002/adem.201500356.
- [39] Edgar Hansjosten, Achim Wenka, Andreas Hensel, Walther Benzinger, Michael Klumpp und Roland Dittmeyer. „Custom-designed 3D-printed metallic fluid guiding elements for enhanced heat transfer at low pressure drop“. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 130 (2018), S. 119–126. DOI: 10.1016/j.cep.2018.05.022.
- [40] Sara Claramunt, Paul V. Schell, Manfred Kraut, Bruno F. Stengel, Christof F. Kuesters und Roland Dittmeyer. „Process Intensification in a Double-Pipe Reactor with Additively Manufactured Internal Inserts“. *ChemEngineering* 6.6 (2022), S. 85. DOI: 10.3390/chemengineering6060085.
- [41] L. L. Trinkies, B. J. Deschner, E. Hansjosten, M. Kraut und R. Dittmeyer. „3D-printed fluid-guiding elements for flow control in a microstructured membrane reactor for H₂O₂ direct synthesis“. *Chemie Ingenieur Technik* 92.9 (2020), S. 1364. DOI: 10.1002/cite.202055312.

- [42] Laura L. Trinkies, Derrick Ng, Zongli Xie, Christian H. Hornung, Manfred Kraut und Roland Dittmeyer. „Direct synthesis of hydrogen peroxide at additively manufactured fluid guiding elements as structured catalysts“. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 188 (2023), S. 109353. DOI: 10.1016/j.cep.2023.109353.
- [43] Dongxu Xie und Roland Dittmeyer. „Correlations of laser scanning parameters and porous structure properties of permeable materials made by laser-beam powder-bed fusion“. *Additive Manufacturing* 47 (2021), S. 102261. DOI: 10.1016/j.addma.2021.102261.
- [44] Dongxu Xie, Bernd Fränkle, Christoph Klahn und Roland Dittmeyer. „Fabrication of Sectionally Permeable Components with Curved Surface by Laser-Beam Powder-Bed Fusion“. *Chemie Ingenieur Technik* 94.7 (2022), S. 983–992. DOI: 10.1002/cite.202200009.
- [45] Robert Otto, Knut Sørby, Bernhard Hesse, Javier Gerber, Emely Bortel und Christoph Kiener. „Synchrotron μ -CT-based morphological characterization of additively manufactured open porous structures“. *Additive Manufacturing* 55 (2022), S. 102874. DOI: 10.1016/j.addma.2022.102874.
- [46] Christoph Kiener, Stefan Boschert, Yves Küsters, Alexander Nicolai und Robert Otto. „Hochdruck-geeignete AM-Konstruktionselemente mit hierarchisch-funktionalen Metallstrukturen“. *Chemie Ingenieur Technik* 94.7 (2022), S. 1040–1045. DOI: 10.1002/cite.202200050.
- [47] DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Hrsg. „Mikroverfahrenstechnik - Begriffe“. DIN EN ISO 10991. Berlin: Beuth Verlag GmbH. DOI: 10.31030/1565039.
- [48] DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Hrsg. „Additive Fertigung - Grundlagen - Terminologie“. DIN EN ISO/ASTM 52900:2022-03. Berlin: Beuth Verlag GmbH. DOI: 10.31030/3290011.
- [49] Henry Z. Kister. „Distillation design“. New York: McGraw-Hill, 1992.
- [50] Johann Stichlmair. „Distillation, 1. Fundamentals“. In: *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2010. DOI: https://doi.org/10.1002/14356007.b03_04.pub2.
- [51] Matthias Kraume. „Transportvorgänge in der Verfahrenstechnik“. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2012. DOI: 10.1007/978-3-642-25149-8.
- [52] Henry Z. Kister. „Distillation operation“. New York: McGraw-Hill, 1990.
- [53] Johann Stichlmair. „Distillation, 2. Equipment“. In: *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2000. DOI: 10.1002/14356007.o08_o01.
- [54] Sulzer Ltd., Hrsg. „Structured Packings Energy-efficient, innovative & profitable“. URL: https://www.sulzer.com/germany/-/media/files/products/separation-technology/distillation-and-absorption/brochures/structured_packings.pdf?la=en. Zuletzt aufgerufen: 21. März 2024.

- [55] Athanassios Ziogas, Gunther Kolb, Hans-Joachim Kost und Volker Hessel. „Entwicklung einer leistungsstarken Mikrorektifikationsapparatur für analytische und präparative Anwendungen“. *Chemie Ingenieur Technik* 83.4 (2011), S. 465–478. DOI: 10.1002/cite.201000190.
- [56] M. Schultes. „Raschig Super-Ring“. *Chemical Engineering Research and Design* 81.1 (2003), S. 48–57. DOI: 10.1205/026387603321158186.
- [57] Stephen Bolton, Abishek Kasturi, Scott Palko, Canhai Lai, Lonnie Love, Jim Parks, Sun Xin und Costas Tsouris. „3D printed structures for optimized carbon capture technology in packed bed columns“. *Separation Science and Technology* 54.13 (2019), S. 2047–2058. DOI: 10.1080/01496395.2019.1622566.
- [58] Younes Amini und Mohsen Nasr Esfahany. „CFD simulation of the structured packings: A review“. *Separation Science and Technology* 54.15 (2019), S. 2536–2554. DOI: 10.1080/01496395.2018.1549078.
- [59] Johannes Neukäufer, Florian Hanusch, Martin Kutscherauer, Sebastian Rehfeldt, Harald Klein und Thomas Grützner. „Methodology for the Development of Additively Manufactured Packings in Thermal Separation Technology“. *Chemical Engineering & Technology* 42.9 (2019), S. 1970–1977. DOI: 10.1002/ceat.201900220.
- [60] Biao Sun, Tejas Bhatelia, Ranjeet P. Utikar, Geoffrey M. Evans und Vishnu K. Pareek. „Hydrodynamics of a novel 3D printed structured packing – SpiroPak“. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 167 (2021), S. 108533. DOI: 10.1016/j.cep.2021.108533.
- [61] Philip Bahke, Arno Behr, Andrzej Górak, Achim Hoffmann, Ludwig Deibele, Thomas Runowski, Michael Traving, Jörg Schwarzer, Martin Steiner, Axel König, Reiner Laible, Joachim Ritter und Wolfgang Scheibe. „Apparaturen der einzelnen Grundoperationen“. In: *Miniplant-Technik*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2006. Kap. 5, S. 199–379. DOI: 10.1002/3527609024.ch5.
- [62] Johannes Neukäufer, Nadin Sarajlic, Harald Klein, Sebastian Rehfeldt, Heiko Hallmann, Carsten Knösche und Thomas Grützner. „Flexible distillation test rig on a laboratory scale for characterization of additively manufactured packings“. *AIChE Journal* 67.11 (2021), e17381. DOI: 10.1002/aic.17381.
- [63] Johannes Neukäufer, Florian Hanusch, Martin Kutscherauer, Sebastian Rehfeldt, Harald Klein und Thomas Grützner. „Methodik zur Entwicklung additiv gefertigter Packungsstrukturen im Bereich der thermischen Trenntechnik“. *Chemie Ingenieur Technik* 91.7 (2019), S. 1014–1023. DOI: 10.1002/cite.201800171.
- [64] Johannes Neukäufer, Mohamed Adel Ashour, Nadin Sarajlic, Harald Klein, Sebastian Rehfeldt, Heiko Hallmann, Sebastian Meinicke, Jürgen Paschold, Carsten Knösche und Thomas Grützner. „Development of enhanced three-dimensional printed packings for scale-up of distillation columns: A successful case study“. *AIChE Journal* 69.3 (2023). DOI: 10.1002/aic.17902.

- [65] Henning Fink und Manfred J. Hampe. „Designing and Constructing Microplants“. In: *Microreaction Technology: Industrial Prospects. IMRET 3: Proceedings of the Third International Conference on Microreaction Technology*. Hrsg. von Wolfgang Ehrfeld. 1st ed. 2000. Springer eBook Collection. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2000, S. 664–673. DOI: 10.1007/978-3-642-59738-1_70.
- [66] Lukas E. Wiesegger, Ralf P. Knauss, Thomas Winkler, Stefan Maikowske, Jürgen J. Brandner und Rolf J. Marr. „Transport Phenomena in Novel Microstructures for Use in Thermal Separation Processes“. In: *Proceedings of the 7th International Conference on Nanochannels, Microchannels and Minichannels - 2009*. New York: ASME, 2009, S. 731–738. DOI: 10.1115/ICNMM2009-82098.
- [67] A. Tonkovich, K. Jarosch, R. Arora, L. Silva, S. Perry, J. Mcdaniel, F. Daly und B. Litt. „Methanol production FPSO plant concept using multiple microchannel unit operations“. *Chemical Engineering Journal* 135 (2008), S2–S8. DOI: 10.1016/j.cej.2007.07.014.
- [68] Anna L. Tonkovich, Wayne W. Simmons, Laura J. Silva, Dongming Qiu, Steven T. Perry, Thomas Yuschak und Anna Lee Tonkovich. „Distillation process using microchannel technology. US20040898687“. Pat. US2006016215 (A1) (US). 26. Jan. 2006.
- [69] Athanassios Ziogas, Hans Joachim Kost und Bernd Werner. „Micro-Rectification Column for the Thermal Separation of Fluids“. Pat. WO2009080591 (A1) (WO). 2009.
- [70] Byoung Chul Kim, Ho Hwan Chun und Young Han Kim. „Energy-Efficient Diabatic Distillation Using a Horizontal Distillation Column“. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 52.42 (2013), S. 14927–14935. DOI: 10.1021/ie4013997.
- [71] D. R. Seok und Sun-Tak Hwang. „Zero-gravity distillation utilizing the heat pipe principle (micro-distillation)“. *AIChE Journal* 31.12 (1985), S. 2059–2065. DOI: 10.1002/aic.690311215.
- [72] Niklas Preußner, S. Rieks, Eugeny Y. Kenig, Peter Stephan und Tatiana Gambaryan-Roisman. „Transport Processes and Separation in Zero-Gravity Distillation“. In: *International Heat Transfer Conference 16*. International Heat Transfer Conference 16 (Beijing, China, 10.–15. Aug. 2018). Connecticut: Begellhouse, 8/10/2018 - 8/15/2018, S. 4575–4582. DOI: 10.1615/IHTC16.her.023300.
- [73] Eduardo A. Ramirez-Gonzalez, Carlos Martinez und Jesus Alvarez. „Modeling zero-gravity distillation“. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 31.3 (1992), S. 901–908. DOI: 10.1021/ie00003a036.
- [74] G. M. Grover, T. P. Cotter und G. F. Erickson. „Structures of Very High Thermal Conductance“. *Journal of Applied Physics* 35.6 (1964), S. 1990–1991. DOI: 10.1063/1.1713792.
- [75] C. C. Roberts. „A Review of Heat Pipe Liquid Delivery Concepts“. In: *Advances in Heat Pipe Technology*. Elsevier, 1982, S. 693–702. DOI: 10.1016/B978-0-08-027284-9.50065-6.
- [76] Danny Bottenus, Dustin Caldwell, Christopher Fischer, Paul Humble, Michael Powell, Richard Lucke und Ward TeGrotenhuis. „Process intensification of distillation using a microwick technology to demonstrate separation of propane and propylene“. *AIChE Journal* 64.10 (2018), S. 3690–3699. DOI: 10.1002/aic.16325.

- [77] Aarne T. Sundberg, Petri Uusi-Kyyny, Kaj Jakobsson und Ville Alopaeus. „Control of reflux and reboil flow rates for milli and micro distillation“. *Chemical Engineering Research and Design* 91.5 (2013), S. 753–760. DOI: 10.1016/j.cherd.2012.08.009.
- [78] A. T. Sundberg, P. Uusi-Kyyny und V. Alopaeus. „Microscale distillation“. *Russian Journal of General Chemistry* 82.12 (2012), S. 2079–2087. DOI: 10.1134/S1070363212120286.
- [79] Stephen H. Cypes und J. R. Engstrom. „Analysis of a toluene stripping process: a comparison between a microfabricated stripping column and a conventional packed tower“. *Chemical Engineering Journal* 101.1-3 (2004), S. 49–56. DOI: 10.1016/j.cej.2003.10.014.
- [80] Achilleas Constantinou und Asterios Gavriilidis. „CO₂ Absorption in a Microstructured Mesh Reactor“. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 49.3 (2010), S. 1041–1049. DOI: 10.1021/ie900697u.
- [81] Benedikt Dercks, Rebeka Zecirovic, Gerhard Ruffert, Marcus P. Grün und Marcus Grünewald. „Ein flexibles, mikrostrukturiertes Modul für die Desorption: Der High Efficiency Contactor“. *Chemie Ingenieur Technik* 83.7 (2011), S. 1125–1128. DOI: 10.1002/cite.201100051.
- [82] Benedikt Dercks und Marcus Grünewald. „Modularisierung von Mikrotrennapparaten als Scale-up-Methode am Beispiel der Mikrodestillation“. *Chemie Ingenieur Technik* 83.7 (2011), S. 1115–1119. DOI: 10.1002/cite.201100019.
- [83] Benedikt Dercks. „Bewertung von mikrostrukturierten Trennapparaten für den Einsatz in modularen Chemiefabriken“. Zugl.: Bochum, Univ., Diss., 2015. Berichte aus der Verfahrenstechnik. Aachen: Shaker, 2015.
- [84] Benedikt Dercks und Marcus Grünewald. „Hürden bei der Destillation in modularen Chemiefabriken“. *Chemie Ingenieur Technik* 87.9 (2015), S. 1215–1220. DOI: 10.1002/cite.201500035.
- [85] Herbert S. Lecky und Raymond H. Ewell. „Spiral Screen Packing for Efficient Laboratory Fractionating Columns“. *Industrial & Engineering Chemistry Analytical Edition* 12.9 (1940), S. 544–547. DOI: 10.1021/ac50149a023.
- [86] Walter Podbielniak. „Apparatus and Methods for Precise Fractional-Distillation Analysis: New Design of Adiabatic Fractioning Column and Precision-Spaced Wire Packing for Temperature Range- 190° to 300° C“. *Industrial & Engineering Chemistry Analytical Edition* 13.9 (1941), S. 639–645. DOI: 10.1021/i560097a020.
- [87] „7. Constructional materials and apparatus“. In: *Hand book of Laboratory Distillation*. Hrsg. von Erich Krell. Bd. 2. Techniques and Instrumentation in Analytical Chemistry. Elsevier, 1982, S. 336–429.
- [88] Erich Krell. „Handbuch der Laboratoriumsdestillation. Mit einer Einführung in die Pilotdestillation“. 3., bearb. und erw. Aufl. Bd. 1. Physikalisch-chemische Trenn- und Meßmethoden. Heidelberg: Hüthig, 1976.
- [89] F. B. Shorland. „A simple helical packing for laboratory fractionating columns“. *Journal of Applied Chemistry* 2.8 (1952), S. 438–440. DOI: 10.1002/jctb.5010020803.

- [90] F. W. Mitchell und J. M. O’Gorman. „Helical Packing for Small Laboratory Distilling Columns“. *Analytical Chemistry* 20.4 (1948), S. 315–316. DOI: 10.1021/ac60016a012.
- [91] Jr. John Bower und Lloyd Cooke. „Efficient Low-Holdup Laboratory Column“. *Industrial & Engineering Chemistry Analytical Edition* 15.4 (1943), S. 290–293. DOI: 10.1021/i560116a028.
- [92] Frank Morton, P. J. King und A. McLaughlin. „Helical-coil distillation columns Part I: Efficiency studies“. *Trans. Inst. Chem. Eng.* 42 (1964), T285–T295.
- [93] Frank Morton, P. J. King und A. McLaughlin. „Helical-coil distillation columns. Part II: Liquid film resistance“. *Trans. Inst. Chem. Eng.* 42 (1964), T296.
- [94] Lukas Bittorf, Nils Böttger, Daniel Neumann, Alina Winter und Norbert Kockmann. „Characterization of an Automated Spinning–Band Column as a Module for Laboratory Distillation“. *Chemical Engineering & Technology* 44.9 (2021), S. 1660–1667. DOI: 10.1002/ceat.202000602.
- [95] Saeed Mardani, Leo S. Ojala, Petri Uusi-Kyyny und Ville Alopaeus. „Development of a unique modular distillation column using 3D printing“. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 109 (2016), S. 136–148. DOI: 10.1016/j.cep.2016.09.001.
- [96] Ryan L. Hartman, Hemantkumar R. Sahoo, Bernard C. Yen und Klavs F. Jensen. „Distillation in microchemical systems using capillary forces and segmented flow“. *Lab on a chip* 9.13 (2009), S. 1843–1849. DOI: 10.1039/b901790a.
- [97] Eugeny Y. Kenig, Yuanhai Su, Anna Lautenschleger, Paris Chasanis und Marcus Grünewald. „Micro-separation of fluid systems: A state-of-the-art review“. *Separation and Purification Technology* 120 (2013), S. 245–264. DOI: 10.1016/j.seppur.2013.09.028.
- [98] K. F. Lam, E. Sorensen und A. Gavriilidis. „Towards an understanding of the effects of operating conditions on separation by microfluidic distillation“. *Chemical Engineering Science* 66.10 (2011), S. 2098–2106. DOI: 10.1016/j.ces.2011.02.013.
- [99] Benjamin Stanisch, Tim Wellsandt und Jochen Strube. „Development of Micro Separation Technology Modules. Part 2: Distillation“. *Chemie Ingenieur Technik* 87.9 (2015), S. 1207–1214. DOI: 10.1002/cite.201400075.
- [100] Yizu Zhang, Cornelius Mduduzi Masuku und Lorenz T. Biegler. „Equation-Oriented Framework for Optimal Synthesis of Integrated Reactive Distillation Systems for Fischer–Tropsch Processes“. *Energy & Fuels* 32.6 (2018), S. 7199–7209. DOI: 10.1021/acs.energyfuels.8b00971.
- [101] Paisarn Naphon und Somchai Wongwises. „A review of flow and heat transfer characteristics in curved tubes“. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 10.5 (2006), S. 463–490. DOI: 10.1016/j.rser.2004.09.014.
- [102] Nivedita Nivedita, Phillip Ligrani und Ian Papautsky. „Dean Flow Dynamics in Low-Aspect Ratio Spiral Microchannels“. *Scientific reports* 7 (2017), S. 44072. DOI: 10.1038/srep44072.

- [103] Y. M. Stokes, B. R. Duffy, S. K. Wilson und H. Tronnolone. „Thin-film flow in helically wound rectangular channels with small torsion“. *Physics of Fluids* 25.8 (2013), S. 083103. DOI: 10.1063/1.4818628.
- [104] D. J. Arnold, Y. M. Stokes und J. E. F. Green. „Thin-film flow in helically-wound rectangular channels of arbitrary torsion and curvature“. *Journal of Fluid Mechanics* 764 (2015), S. 76–94. DOI: 10.1017/jfm.2014.703.
- [105] D. J. Arnold, Y. M. Stokes und J. E. F. Green. „Thin-film flow in helically wound shallow channels of arbitrary cross-sectional shape“. *Physics of Fluids* 29.1 (2017), S. 013102. DOI: 10.1063/1.4973670.
- [106] A. B. Holland-Batt und P. N. Holtham. „Particle and fluid motion on spiral separators“. *Minerals Engineering* 4.3-4 (1991), S. 457–482. DOI: 10.1016/0892-6875(91)90147-N.
- [107] P. N. Holtham. „Primary and secondary fluid velocities on spiral separators“. *Minerals Engineering* 5.1 (1992), S. 79–91. DOI: 10.1016/0892-6875(92)90007-V.
- [108] Y. Haroun, L. Raynal und D. Legendre. „Mass transfer and liquid hold-up determination in structured packing by CFD“. *Chemical Engineering Science* 75 (2012), S. 342–348. DOI: 10.1016/j.ces.2012.03.011.
- [109] Ž. Olujić, A. B. Kamerbeek und J. de Graauw. „A corrugation geometry based model for efficiency of structured distillation packing“. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 38.4-6 (1999), S. 683–695. DOI: 10.1016/S0255-2701(99)00068-9.
- [110] Huib-Jan Verschoof, Zarko Olujić und James R. Fair. „A General Correlation for Predicting the Loading Point of Corrugated Sheet Structured Packings“. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 38.10 (1999), S. 3663–3669. DOI: 10.1021/ie990009d.
- [111] H. Imura, H. Kusuda und S. Funatsu. „Flooding velocity in a counter-current annular two-phase flow“. *Chemical Engineering Science* 32.1 (1977), S. 79–87. DOI: 10.1016/0009-2509(77)80199-1.
- [112] Alexey Shilkin. „Modelling transport phenomena in structured packings using hydrodynamic analogy“. Zugl.: Dortmund, Univ., Diss., 2007. Bd. 888. Fortschritt-Berichte VDI Reihe 3, Verfahrenstechnik. Düsseldorf: VDI-Verlag, 2008.
- [113] Springer-Verlag GmbH. „VDI-Wärmeatlas. Mit 320 Tabellen“. 11., bearb. und erw. Aufl. Springer reference. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2013. DOI: 10.1007/978-3-642-19981-3.
- [114] James Welty, Gregory L Rorrer und David G Foster. „Fundamentals of momentum, heat, and mass transfer“. 5. ed. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, 2008.
- [115] A. Sasaki, Y. Ohhara, M. Katayama, T. Minami, K. Yoneda und T. Atsumi. „Distillation Column Performance For Floating Offshore LNG Plant Under Rolling And Surging Motions In Waves“. In: OTC Offshore Technology Conference. Apr. 1979, OTC-3641-MS. DOI: 10.4043/3641-MS.
- [116] G. Q. Wang, X. G. Yuan und K. T. Yu. „Review of Mass-Transfer Correlations for Packed Columns“. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 44.23 (2005), S. 8715–8729. DOI: 10.1021/ie050017w.

- [117] Ž. Olujić. „Predicting the Liquid Phase Mass Transfer Resistance of Structured Packings“. *Chemical and Biochemical Engineering Quarterly Journal* 28.4 (2015), S. 409–424. DOI: 10.15255/CABEQ.2014.19344.
- [118] A. Shilkin, E. Y. Kenig und Z. Olujić. „Hydrodynamic-analogy-based model for efficiency of structured packing columns“. *AIChE Journal* 52.9 (2006), S. 3055–3066. DOI: 10.1002/aic.10937.
- [119] U. Brinkmann, T. J. Schildhauer und E. Y. Kenig. „Hydrodynamic analogy approach for modelling of reactive stripping with structured catalyst supports“. *Chemical Engineering Science* 65.1 (2010), S. 298–303. DOI: 10.1016/j.ces.2009.06.049.
- [120] U. Brinkmann, T. J. Schildhauer und E. Y. Kenig. „Hydrodynamic analogy approach for modelling of reactive stripping with structured catalyst supports“. *Chemical Engineering Science* 65.1 (2010), S. 298–303. DOI: 10.1016/j.ces.2009.06.049.
- [121] Marc Wende, Christoph Staggenborg und Eugeny Y. Kenig. „Modelling and simulation of zero-gravity distillation units with metal foams“. *Chemical Engineering Science* 247 (2022), S. 117097. DOI: 10.1016/j.ces.2021.117097.
- [122] Marc Wende, Florian Fischer und Eugeny Y. Kenig. „Numerical and Experimental Investigation of Zero-Gravity Distillation Units“. *Chemical Engineering Transactions* 88 (2021), S. 697–702. DOI: 10.3303/CET2188116.
- [123] Marc Wende, Florian Fischer und Eugeny Y. Kenig. „Numerical and Experimental Investigation of Zero-Gravity Distillation Units“. *Chemical Engineering Transactions* 88 (2021), S. 697–702. DOI: 10.3303/CET2188116.
- [124] Sebastian Rieks, Marc Wende, Niklas Preußner, Tatiana Gambaryan-Roisman und Eugeny Y. Kenig. „A hydrodynamic analogy based modelling approach for zero-gravity distillation with metal foams“. *Chemical Engineering Research and Design* 147 (2019), S. 615–623. DOI: 10.1016/j.cherd.2019.05.022.
- [125] Alexander H.J. Salten und Eugeny Y. Kenig. „Model based random packing optimisation for absorption processes using the hydrodynamic analogy concept“. *Chemical Engineering Science* 242 (2021), S. 116670. DOI: 10.1016/j.ces.2021.116670.
- [126] Alexander H.J. Salten, Jan F. Maćkowiak, Jerzy K. Maćkowiak und Eugeny Y. Kenig. „A new hydrodynamic analogy model for the determination of transport phenomena in random packings“. *Chemical Engineering Science* 233 (2021), S. 116246. DOI: 10.1016/j.ces.2020.116246.
- [127] Y. Mori, Y. Uchida und T. Ukon. „Forced convective heat transfer in a curved channel with a square cross section“. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 14.11 (1971), S. 1787–1805. DOI: 10.1016/0017-9310(71)90047-0.
- [128] W. R. Dean und J. M. Hurst. „Note on the motion of fluid in a curved pipe“. *Mathematika* 6.1 (1959), S. 77–85. DOI: 10.1112/S0025579300001947.
- [129] Shiro Sugiyama, Taro Hayashi und Koji Yamazaki. „Flow Characteristics in the Curved Rectangular Channels : Visualization of Secondary Flow“. *Bulletin of JSME* 26.216 (1983), S. 964–969. DOI: 10.1299/jsme1958.26.964.

- [130] K. C. Cheng, Ran-Chau Lin und Jenn-Wuu Ou. „Fully Developed Laminar Flow in Curved Rectangular Channels“. *Journal of Fluids Engineering* 98.1 (1976), S. 41–48. DOI: 10.1115/1.3448205.
- [131] Brendan Harding. „A new benchmark for the secondary fluid flow through curved ducts“. *Chemical Engineering Science* 248 (2022), S. 117196. DOI: 10.1016/j.ces.2021.117196.
- [132] S. Thangam und N. Hur. „Laminar secondary flows in curved rectangular ducts“. *Journal of Fluid Mechanics* 217 (1990), S. 421–440. DOI: 10.1017/S0022112090000787.
- [133] C. Jonas Bolinder. „First- and higher-order effects of curvature and torsion on the flow in a helical rectangular duct“. *Journal of Fluid Mechanics* 314 (1996), S. 113–138. DOI: 10.1017/s0022112096000250.
- [134] C. Jonas Bolinder und Bengt Sundén. „Numerical prediction of laminar flow and forced convective heat transfer in a helical square duct with a finite pitch“. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 39.15 (1996), S. 3101–3115. DOI: 10.1016/0017-9310(96)00005-1.
- [135] T. W. Gyves und T. F. Irvine. „Laminar conjugated forced convection heat transfer in curved rectangular channels“. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 43.21 (2000), S. 3953–3964. DOI: 10.1016/S0017-9310(00)00041-7.
- [136] Yasuo Mori und Wataru Nakayama. „Study on forced convective heat transfer in curved pipes“. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 10.5 (1967), S. 681–695. DOI: 10.1016/0017-9310(67)90113-5.
- [137] Ruiqi Wang, Riqiang Duan und Haijun Jia. „Experimental Validation of Falling Liquid Film Models: Velocity Assumption and Velocity Field Comparison“. *Polymers* 13.8 (2021). DOI: 10.3390/polym13081205.
- [138] „Collected Papers of P.L. Kapitza“. Elsevier, 1965. DOI: 10.1016/C2013-0-01850-6.
- [139] C. E. Kalb und J. D. Seader. „Entrance region heat transfer in a uniform wall-temperature helical coil with transition from turbulent to laminar flow“. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 26.1 (1983), S. 23–32. DOI: 10.1016/S0017-9310(83)80004-0.
- [140] Geoffrey Ingram Taylor. „The criterion for turbulence in curved pipes“. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 124.794 (1929), S. 243–249. DOI: 10.1098/rspa.1929.0111.
- [141] C. M. White. „Streamline flow through curved pipes“. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 123.792 (1929), S. 645–663. DOI: 10.1098/rspa.1929.0089.
- [142] Hugo B. Fischer. „Mixing in inland and coastal waters“. New York: Academic Press, 1979.
- [143] Geoffrey Ingram Taylor. „Dispersion of soluble matter in solvent flowing slowly through a tube“. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 219.1137 (1953), S. 186–203. DOI: 10.1098/rspa.1953.0139.

- [144] R. Aris. „On the dispersion of a solute in a fluid flowing through a tube“. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 235.1200 (1956), S. 67–77. DOI: 10.1098/rspa.1956.0065.
- [145] Joel H. Ferziger, Milovan Perić und Robert L. Street. „Numerische Strömungsmechanik“. 2., aktualisierte Aufl. Berlin und Heidelberg: Springer Vieweg, 2020.
- [146] Hans Dieter Baehr und Karl Stephan. „Wärme- und Stoffübertragung“. 10. Aufl. Berlin und Heidelberg: Springer Vieweg, 2019.
- [147] Jörg Feldhusen und Karl-Heinrich Grote. „Pahl/Beitz Konstruktionslehre“. Berlin, Heidelberg: Springer Vieweg, 2013. DOI: 10.1007/978-3-642-29569-0.
- [148] AMPOWER GmbH & Co. KG. „Design guideline for sinter-based Additive Manufacturing“. 2022.
- [149] Heiko Blunk und Arthur Seibel. „Design guidelines for metal binder jetting“. *Progress in Additive Manufacturing* (2023). DOI: 10.1007/s40964-023-00475-y.
- [150] Amir Mostafaei, Cang Zhao, Yining He, Seyed Reza Ghiaasiaan, Bo Shi, Shuai Shao, Nima Shamsaei, Ziheng Wu, Nadia Kouraytem, Tao Sun, Joseph Pauza, Jerard V. Gordon, Bryan Webler, Niranjana D. Parab, Mohammadreza Asherloo, Qilin Guo, Lianyi Chen und Anthony D. Rollett. „Defects and anomalies in powder bed fusion metal additive manufacturing“. *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 26.2 (2022), S. 100974. DOI: 10.1016/j.cossms.2021.100974.
- [151] N. Ahmed, I. Barsoum, G. Haidemenopoulos und R.K. Abu Al-Rub. „Process parameter selection and optimization of laser powder bed fusion for 316L stainless steel: A review“. Bd. 75. 2022, S. 415–434. DOI: 10.1016/j.jmapro.2021.12.064.
- [152] Ze-Chen Fang, Zhi-Lin Wu, Chen-Guang Huang und Chen-Wu Wu. „Review on residual stress in selective laser melting additive manufacturing of alloy parts“. *Optics & Laser Technology* 129 (2020), S. 106283. DOI: 10.1016/j.optlastec.2020.106283.
- [153] Thomas Simson, Andreas Emmel, Anja Dwars und Juliane Böhm. „Residual stress measurements on AISI 316L samples manufactured by selective laser melting“. *Additive Manufacturing* 17 (2017), S. 183–189. DOI: 10.1016/j.addma.2017.07.007.
- [154] J. Robinson, I. Ashton, P. Fox, E. Jones und C. Sutcliffe. „Determination of the effect of scan strategy on residual stress in laser powder bed fusion additive manufacturing“. *Additive Manufacturing* 23 (2018), S. 13–24. DOI: 10.1016/j.addma.2018.07.001.
- [155] Peter Mercelis und Jean-Pierre Kruth. „Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting“. *Rapid Prototyping Journal* 12.5 (2006), S. 254–265. DOI: 10.1108/13552540610707013.
- [156] F. Calignano. „Design optimization of supports for overhanging structures in aluminum and titanium alloys by selective laser melting“. *Materials & Design* 64 (2014), S. 203–213. DOI: 10.1016/j.matdes.2014.07.043.

- [157] Xiaoqing Wang und Kevin Chou. „Effect of support structures on Ti-6Al-4V overhang parts fabricated by powder bed fusion electron beam additive manufacturing“. *Journal of Materials Processing Technology* 257 (2018), S. 65–78. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2018.02.038.
- [158] Andrew Triantaphyllou, Claudiu L. Giusca, Gavin D. Macaulay, Felix Roerig, Matthias Hobel, Richard K. Leach, Ben Tomita und Katherine A. Milne. „Surface texture measurement for additive manufacturing“. *Surface Topography: Metrology and Properties* 3.2 (2015), S. 024002. DOI: 10.1088/2051-672x/3/2/024002.
- [159] Dominik Deradjat und Tim Minshall. „Implementation of rapid manufacturing for mass customisation“. *Journal of Manufacturing Technology Management* 28.1 (2017), S. 95–121. DOI: 10.1108/JMTM-01-2016-0007.
- [160] Christopher S. Lefky, Brian Zucker, David Wright, Abdalla R. Nassar, Timothy W. Simpson und Owen J. Hildreth. „Dissolvable Supports in Powder Bed Fusion-Printed Stainless Steel“. *3D Printing and Additive Manufacturing* 4.1 (2017), S. 3–11. DOI: 10.1089/3dp.2016.0043.
- [161] Amir Mostafaei, Amy M. Elliott, John E. Barnes, Fangzhou Li, Wenda Tan, Corson L. Cramer, Peeyush Nandwana und Markus Chmielus. „Binder jet 3D printing—Process parameters, materials, properties, modeling, and challenges“. *Progress in Materials Science* 119 (2021), S. 100707. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2020.100707.
- [162] Prashanth Konda Gokuldoss, Sri Kolla und Jürgen Eckert. „Additive Manufacturing Processes: Selective Laser Melting, Electron Beam Melting and Binder Jetting-Selection Guidelines“. *Materials (Basel, Switzerland)* 10.6 (2017). DOI: 10.3390/ma10060672.
- [163] Sriram Manoharan, Kijoon Lee, Lucas Freiberg, Matthew Coblyn, Goran Jovanovic und Brian K. Paul. „Comparing the Economics of Metal Additive Manufacturing Processes for Micro-scale Plate Reactors in the Chemical Process Industry“. *Procedia Manufacturing* 34 (2019), S. 603–612. DOI: 10.1016/j.promfg.2019.06.168.
- [164] Digital Metal. „Digital Metal ® DM P2500 3D metal printer: Design guidelines“. 1.08.2022. URL: <https://digitalmetal.tech/printer-line/design-and-function/>. Zuletzt aufgerufen: 1. Aug. 2022.
- [165] Digital Metal. „Digital Metal ® has been proven solid by the French CETIM“. 14.01.2021. URL: <https://digitalmetal.tech/home-digital-metal/benchmark-tests/>. Zuletzt aufgerufen: 1. Feb. 2022.
- [166] T. Dahmen, C. G. Klingaa, S. Baier-Stegmaier, A. Lapina, D. B. Pedersen und J. H. Hattel. „Characterization of channels made by laser powder bed fusion and binder jetting using X-ray CT and image analysis“. *Additive Manufacturing* 36 (2020), S. 101445. DOI: 10.1016/j.addma.2020.101445.
- [167] „ExOne“. 1.02.2022. URL: <https://www.exone.com/Admin/ExOne/media/Documents/Mfg-Guidelines-Download-Updated-04142020-NEW.pdf>. Zuletzt aufgerufen: 21. März 2024.

- [168] Alexander Rütjes, Lukas Stahl, Michael Müller und Frank Petzoldt. „Investigation and Simulation of the Surface Contact Characteristics of Sinter-Joined Binder Jetting Components“. *Applied Sciences* 12.7 (2022), S. 3478. DOI: 10.3390/app12073478.
- [169] Thomas Dahmen, Wayne E. Alphonso, Christopher G. Klingaa, Sina Baier-Stegmaier, Alberto Lapina, Venkata K. Nadimpalli, David B. Pedersen und Jesper H. Hattel. „Evaluating the scalability of channels made by Binder Jetting and Laser Powder Bed Fusion using an X-ray CT and image analysis approach“. English. In: *2022 ASPE and euspen Summer Topical Meeting*. Bd. 77. American Society for Precision Engineering, 2022.
- [170] Julia Riese, Arnulf Reitze und Marcus Grünewald. „Experimental Characterization of 3D Printed Structured Metal Packing with an Enclosed Column Wall“. *Chemie Ingenieur Technik* 94.7 (2022), S. 993–1001. DOI: 10.1002/cite.202200002.
- [171] Felix H. Kim und Shawn P. Moylan. „Literature review of metal additive manufacturing defects“. Gaithersburg, MD: National Institute of Standards and Technology, 2018. DOI: 10.6028/NIST.AMS.100-16.
- [172] Anton Du Plessis, Ina Yadroitsava und Igor Yadroitsev. „Effects of defects on mechanical properties in metal additive manufacturing: A review focusing on X-ray tomography insights“. *Materials & Design* 187 (2020), S. 108385. DOI: 10.1016/j.matdes.2019.108385.
- [173] I. Yadroitsev, Ph. Bertrand und I. Smurov. „Parametric analysis of the selective laser melting process“. *Applied Surface Science* 253.19 (2007), S. 8064–8069. DOI: 10.1016/j.apsusc.2007.02.088.
- [174] I. Yadroitsev und I. Smurov. „Selective laser melting technology: From the single laser melted track stability to 3D parts of complex shape“. *Physics Procedia* 5 (2010), S. 551–560. DOI: 10.1016/j.phpro.2010.08.083.
- [175] S. Clijsters, T. Craeghs, M. Moesen and J.-P. Kruth. „Optimization of thin wall structures in SLM. In: Fraunhofer Additive Manufacturing Alliance: Direct Digital Manufacturing Conference 2012“ (2012).
- [176] Ziheng Wu, Sneha Prabha Narra und Anthony Rollett. „Exploring the fabrication limits of thin-wall structures in a laser powder bed fusion process“. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 110.1-2 (2020), S. 191–207. DOI: 10.1007/s00170-020-05827-4.
- [177] H. Krauss und M. F. Zaeh. „Investigations on Manufacturability and Process Reliability of Selective Laser Melting“. *Physics Procedia* 41 (2013), S. 815–822. DOI: 10.1016/j.phpro.2013.03.153.
- [178] Tao Yang, Deqiao Xie, Wenchao Yue, Shuang Wang, Peng Rong, Lida Shen, Jianfeng Zhao und Changjiang Wang. „Distortion of Thin-Walled Structure Fabricated by Selective Laser Melting Based on Assumption of Constraining Force-Induced Distortion“. *Metals* 9.12 (2019), S. 1281. DOI: 10.3390/met9121281.
- [179] L. Dowling, J. Kennedy, S. O’Shaughnessy und D. Trimble. „A review of critical repeatability and reproducibility issues in powder bed fusion“. *Materials & Design* 186 (2020), S. 108346. DOI: 10.1016/j.matdes.2019.108346.

- [180] Ahmed, Majeed, Atta und Guozhu. „Dimensional Quality and Distortion Analysis of Thin-Walled Alloy Parts of AlSi10Mg Manufactured by Selective Laser Melting“. *Journal of Manufacturing and Materials Processing* 3.2 (2019), S. 51. DOI: 10.3390/jmmp3020051.
- [181] Federico Venturi und Robert Taylor. „Additive Manufacturing in the Context of Repeatability and Reliability“. *Journal of Materials Engineering and Performance* (2023). DOI: 10.1007/s11665-023-07897-3.
- [182] Hossein Eskandari Sabzi, Everth Hernandez-Nava, Xiao-Hui Li, Hanwei Fu, David San-Martín und Pedro E.J. Rivera-Díaz-del Castillo. „Strengthening control in laser powder bed fusion of austenitic stainless steels via grain boundary engineering“. *Materials & Design* 212 (2021), S. 110246. DOI: 10.1016/j.matdes.2021.110246.
- [183] Shuo Qu, Junhao Ding, Jin Fu, Mingwang Fu, Baicheng Zhang und Xu Song. „High-precision laser powder bed fusion processing of pure copper“. *Additive Manufacturing* 48 (2021), S. 102417. DOI: 10.1016/j.addma.2021.102417.
- [184] Jürgen Jakumeit, Gongyuan Zheng, Romuald Laqua, Samuel J. Clark, Jonas Zielinski, Johannes H. Schleifenbaum und Peter D. Lee. „Modelling the complex evaporated gas flow and its impact on particle spattering during laser powder bed fusion“. *Additive Manufacturing* 47 (2021), S. 102332. DOI: 10.1016/j.addma.2021.102332.
- [185] Siyuan Chen, Tao Zhang, Li Lv, Yanxiao Chen, Yongchang Yang und Shengwei Tang. „Intensification of the liquid side mass transfer in double-side falling film microchannels by micro-mixing structures“. *Chemical Engineering Science* 193 (2019), S. 264–275. DOI: 10.1016/j.ces.2018.09.016.
- [186] Marcel Slodczyk, Alexander Ilin, Thomas Kiedrowski, Thomas Bareth und Vasily Ploshikhin. „Spatter reduction by multi-beam illumination in laser powder-bed fusion“. *Materials & Design* 212 (2021), S. 110206. DOI: 10.1016/j.matdes.2021.110206.
- [187] Ahmed Elkaseer, Amal Charles und Steffen Scholz. „Development of Precision Additive Manufacturing Processes“. In: *Precision Metal Additive Manufacturing*. Hrsg. von Richard K. Leach und Simone Carmignato. Book Section. Boca Raton: CRC Press, 2021. DOI: 10.1201/9780429436543.
- [188] Yves Küsters. „Robuster Strahlschmelzprozess durch methodische Parameterfindung“. Zugl.: Universität Duisburg-Essen, Diss., 2012. Berichte aus der Fertigungstechnik. Herzogenrath: Shaker, 2013.
- [189] Wilhelm Kleppmann. „Versuchsplanung. Produkte und Prozesse optimieren“. 8., überarb. Aufl. Praxisreihe Qualitätswissen. München: Hanser, 2013.
- [190] Douglas C. Montgomery. „Design and Analysis of Experiments“. 10. Aufl. Hoboken, NJ: Wiley, 2020.
- [191] Hans Rottländer, Walter Umrath und Gerhard Voss. „Fundamentals of leak detection“. Bd. Cat. No. 199 79_VA.02, Leybold GmbH, 2016.
- [192] Jürgen Zierep und Karl Bühler. „Grundzüge der Strömungslehre. Grundlagen, Statik und Dynamik der Fluide“. 11. Aufl. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2018. DOI: 10.1007/978-3-658-20473-0.

- [193] ISO, Hrsg. „Geometrical product specifications (GPS) — Surface texture: Areal — Part 600: Metrological characteristics for areal topography measuring methods“. ISO 25178-600. 2019.
- [194] Haijun Gong, Khalid Rafi, Hengfeng Gu, Thomas Starr und Brent Stucker. „Analysis of defect generation in Ti–6Al–4V parts made using powder bed fusion additive manufacturing processes“. *Additive Manufacturing* 1-4 (2014), S. 87–98. DOI: 10.1016/j.addma.2014.08.002.
- [195] I. Yadroitsev und I. Smurov. „Surface Morphology in Selective Laser Melting of Metal Powders“. *Physics Procedia* 12 (2011), S. 264–270. DOI: 10.1016/j.phpro.2011.03.034.
- [196] Umberto Scipioni Bertoli, Alexander J. Wolfer, Manyalibo J. Matthews, Jean-Pierre R. Delplanque und Julie M. Schoenung. „On the limitations of Volumetric Energy Density as a design parameter for Selective Laser Melting“. *Materials & Design* 113 (2017), S. 331–340. DOI: 10.1016/j.matdes.2016.10.037.
- [197] Arne Röttger, Karina Geenen, Matthias Windmann, Florian Binner und Werner Theisen. „Comparison of microstructure and mechanical properties of 316 L austenitic steel processed by selective laser melting with hot-isostatic pressed and cast material“. *Materials Science and Engineering: A* 678 (2016), S. 365–376. DOI: 10.1016/j.msea.2016.10.012.
- [198] Daniel Powell, Allan E.W. Rennie, Louise Geekie und Neil Burns. „Understanding powder degradation in metal additive manufacturing to allow the upcycling of recycled powders“. *Journal of Cleaner Production* 268 (2020), S. 122077. DOI: 10.1016/j.jclepro.2020.122077.
- [199] Gregor Jacob, Christopher U. Brown, M. Alkan Donmez, Stephanie S. Watson und John Slotwinski. „Effects of powder recycling on stainless steel powder and built material properties in metal powder bed fusion processes“. Gaithersburg, MD, 2017. DOI: 10.6028/NIST.AMS.100-6.
- [200] Verein Deutscher Ingenieure e.V., Hrsg. „Additive Fertigungsverfahren - Pulverbettbasiertes Schmelzen von Metall mittels Laserstrahl (PBF-LB/M) - Fehlerkatalog - Fehlerbilder beim Laser-Strahlschmelzen“. VDI Richtlinie 3405 Blatt 2.8.
- [201] Amal Charles, Mohamad Bayat, Ahmed Elkaseer, Lore Thijs, Jesper Henri Hattel und Steffen Scholz. „Elucidation of dross formation in laser powder bed fusion at down-facing surfaces: Phenomenon-oriented multiphysics simulation and experimental validation“. *Additive Manufacturing* 50 (2022), S. 102551. DOI: 10.1016/j.addma.2021.102551.
- [202] Apratim Chakraborty, Reza Tangestani, Rasim Batmaz, Waqas Muhammad, Philippe Plamondon, Andrew Wessman, Lang Yuan und Étienne Martin. „In-process failure analysis of thin-wall structures made by laser powder bed fusion additive manufacturing“. *Journal of Materials Science & Technology* 98 (2022), S. 233–243. DOI: 10.1016/j.jmst.2021.05.017.
- [203] S. Sun, M. Brandt und M. Easton. „Powder bed fusion processes“. In: *Laser Additive Manufacturing*. Hrsg. von Milan Brandt. Woodhead Publishing, 2017, S. 55–77. DOI: 10.1016/b978-0-08-100433-3.00002-6.

- [204] E. Yasa und J-P. Kruth. „Microstructural investigation of Selective Laser Melting 316L stainless steel parts exposed to laser re-melting“. *Procedia Engineering* 19 (2011), S. 389–395. DOI: 10.1016/j.proeng.2011.11.130.
- [205] Daniel Omidvarkarjan, Daniele Cipriano, Ralph Rosenbauer, Manuel Biedermann und Mirko Meboldt. „Implementation of a design support tool for additive manufacturing using a feature database: an industrial case study“. *Progress in Additive Manufacturing* 5.1 (2020), S. 67–73. DOI: 10.1007/s40964-020-00119-5.
- [206] Manuel Biedermann, Patrick Beutler und Mirko Meboldt. „Automated design of additive manufactured flow components with consideration of overhang constraint“. *Additive Manufacturing* 46 (2021), S. 102119. DOI: 10.1016/j.addma.2021.102119.
- [207] Morteza Khoshvaght-Aliabadi und Amir Feizabadi. „Compound heat transfer enhancement of helical channel with corrugated wall structure“. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 146 (2020), S. 118858. DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2019.118858.
- [208] Hong-Yuan Lei, Jing-Rong Li, Zhi-Jia Xu und Qing-Hui Wang. „Parametric design of Voronoi-based lattice porous structures“. *Materials & Design* 191 (2020), S. 108607. DOI: 10.1016/j.matdes.2020.108607.
- [209] John Schmelzle, Eric V. Kline, Corey J. Dickman, Edward W. Reutzel, Griffin Jones und Timothy W. Simpson. „(Re)Designing for Part Consolidation: Understanding the Challenges of Metal Additive Manufacturing“. *Journal of Mechanical Design* 137.11 (2015). DOI: 10.1115/1.4031156.
- [210] Marion Merklein, Daniel Junker, Adam Schaub und Franziska Neubauer. „Hybrid Additive Manufacturing Technologies – An Analysis Regarding Potentials and Applications“. *Physics Procedia* 83 (2016), S. 549–559. DOI: 10.1016/j.phpro.2016.08.057.
- [211] Julian Ferchow, Marvin Bühler, Marcel Schlüssel, Livia Zumofen, Christoph Klahn, Urs Hofmann, Andreas Kirchheim und Mirko Meboldt. „Design and validation of a sheet metal clamping system for additive manufacturing and post-processing“. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 119.11-12 (2022), S. 7947–7967. DOI: 10.1007/s00170-022-08773-5.
- [212] Adam Schaub, Bhrigu Ahuja, Lorenz Butzhammer, Johannes Osterziel, Michael Schmidt und Marion Merklein. „Additive Manufacturing of Functional Elements on Sheet Metal“. *Physics Procedia* 83 (2016), S. 797–807. DOI: 10.1016/j.phpro.2016.08.082.
- [213] Thomas Papke und Marion Merklein. „Processing of 316L hybrid parts consisting of sheet metal and additively manufactured element by Powder Bed Fusion using a laser beam“. *Procedia CIRP* 94 (2020), S. 35–40. DOI: 10.1016/j.procir.2020.09.008.
- [214] Marion Merklein, Robert Schulte und Thomas Papke. „An innovative process combination of additive manufacturing and sheet bulk metal forming for manufacturing a functional hybrid part“. *Journal of Materials Processing Technology* 291 (2021), S. 117032. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2020.117032.

- [215] Benjamin Merz, Ricardo Nilsson, Constantin Garske und Kai Hilgenberg. „Camera-based high precision position detection for hybrid additive manufacturing with laser powder bed fusion“. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 125.5-6 (2023), S. 2409–2424. DOI: 10.1007/s00170-022-10691-5.
- [216] Trumpf SE + Co. KG. „TruPrint 5000“. URL: https://www.trumpf.com/de_DE/produkte/maschinen-systeme/additive-fertigungssysteme/truprint-5000/. Zuletzt aufgerufen: 21. März 2024.
- [217] DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Hrsg. „Rundgewinde allgemeiner Anwendung - Teil 1: Gewindeprofile, Nennmaße“. DIN 405-1.
- [218] Ministerium für Finanzen Baden-Württemberg. „Verwaltungsvorschrift des Finanzministeriums über die Berücksichtigung der Verwaltungskosten insbesondere bei der Festsetzung von Gebühren und sonstigen Entgelten für die Inanspruchnahme der Landesverwaltung“. VwV-Kostenfestlegung. Version Geändert durch Verwaltungsvorschrift vom 01.10.2021 (GABl. 2021, S. 459).
- [219] Horst GmbH. „MG - 450 °C - Glasfasermatte“. URL: <https://www.horst.de/abf11000001000000>. Zuletzt aufgerufen: 21. März 2024.
- [220] Horst GmbH. „Herstellerangabe“.
- [221] Aspen Aerogel. „Pyrogel XTE Datenblatt“. URL: https://www.aerogel.com/wp-content/uploads/2021/06/Pyrogel_XTE_Datasheet_English_v4.1.pdf. Zuletzt aufgerufen: 21. März 2024.
- [222] Enersens SAS. „Kwark Grunals“. URL: <https://enersens.eu/kwark/>. Zuletzt aufgerufen: 21. März 2024.
- [223] GESTIS-Stoffdatenbank. „n-Hexan“. Hrsg. von Deutsche Gesetzliche Unfallversicherung e.V. URL: <https://gestis.dguv.de/data?name=510789>. Zuletzt aufgerufen: 21. März 2024.
- [224] GESTIS-Stoffdatenbank. „n-Heptan“. Hrsg. von Deutsche Gesetzliche Unfallversicherung e.V. URL: <https://gestis.dguv.de/data?name=510789>. Zuletzt aufgerufen: 21. März 2024.
- [225] „Technische Regeln für Gefahrstoffe: Substitution“. (TRGS 600).
- [226] DIAMANT Polymer GmbH. URL: https://www.diamant-polymer.de/wp-content/uploads/product-pdfs/7017/diamant-2589-diamant-2022-11-07_12-08-54_de.pdf. Zuletzt aufgerufen: 21. März 2024.
- [227] S. Schwidder und K. Schnitzlein. „Predicting the static liquid holdup for cylindrical packings of spheres in terms of the local structure of the packed bed“. *Chemical Engineering Science* 65.23 (2010), S. 6181–6189. DOI: 10.1016/j.ces.2010.09.004.
- [228] A. E. Sáez, M. M. Yépez, C. Cabrera und E. M. Soria. „Static liquid holdup in packed beds of spherical particles“. *AIChE Journal* 37.11 (1991), S. 1733–1736. DOI: 10.1002/aic.690371117.

- [229] Philipp Rentschler, Christoph Klahn und Roland Dittmeyer. „The Need for Dynamic Process Simulation: A Review of Offshore Power-to-X Systems“. *Chemie Ingenieur Technik* 96.1-2 (2024), S. 114–125. DOI: 10.1002/cite.202300156.
- [230] Bundesministerium für Bildung und Forschung. „H2Mare: Offshore-Technologien“. URL: <https://www.wasserstoff-leitprojekte.de/leitprojekte/h2mare>. Zuletzt aufgerufen: 21. März 2024.
- [231] Stefan Lier, Julia Riese, Gordana Cvetanoska, Anna Katharina Lesniak, Stephan Müller, Sarah Paul, Laura Sengen und Marcus Grünewald. „Innovative scaling strategies for a fast development of apparatuses by modular process engineering“. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 123 (2018), S. 111–125. DOI: 10.1016/j.cep.2017.10.026.
- [232] Petar Pribic, Mario Roza und Laurent Zuber. „How to Improve the Energy Savings in Distillation and Hybrid Distillation–Pervaporation Systems“. *Separation Science and Technology* 41.11 (2006), S. 2581–2602. DOI: 10.1080/01496390600745685.
- [233] Ivar J. Halvorsen und Sigurd Skogestad. „Energy efficient distillation“. *Journal of Natural Gas Science and Engineering* 3.4 (2011), S. 571–580. DOI: 10.1016/j.jngse.2011.06.002.
- [234] Mamdouh A. Gadalla, Zarko Olujic, Peter J. Jansens, Megan Jobson und Robin Smith. „Reducing CO₂ emissions and energy consumption of heat-integrated distillation systems“. *Environmental Science & Technology* 39.17 (2005), S. 6860–6870. DOI: 10.1021/es049795q.
- [235] R. Rivero, M. Garcia und J. Urquiza. „Simulation, exergy analysis and application of diabatic distillation to a tertiary amyl methyl ether production unit of a crude oil refinery“. *Energy* 29.3 (2004), S. 467–489. DOI: 10.1016/j.energy.2003.10.007.
- [236] Young Han Kim. „Design and control of energy-efficient distillation columns“. *Korean Journal of Chemical Engineering* 33.9 (2016), S. 2513–2521. DOI: 10.1007/s11814-016-0124-4.
- [237] Anton A. Kiss und Žarko Olujić. „A review on process intensification in internally heat-integrated distillation columns“. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 86 (2014), S. 125–144. DOI: 10.1016/j.cep.2014.10.017.
- [238] Gerhard Merziger und Thomas Wirth. „Repetitorium Höhere Mathematik“. 7. Aufl. Barsinghausen: Binomi Verlag, 12/15.
- [239] Gerhard Merziger. „Formeln + Hilfen höhere Mathematik“. 6. Aufl. Barsinghausen: Binomi, 2010.
- [240] Tilo Arens, Frank Hettlich, Christian Karpfinger, Ulrich Kockelkorn, Klaus Lichtenegger und Hellmuth Stachel. „Mathematik“. Berlin, Heidelberg: Springer Spektrum, 2018. DOI: 10.1007/978-3-662-56741-8.
- [241] Jost-Hinrich Eschenburg und Jürgen Jost. „Differentialgeometrie und Minimalflächen“. Berlin, Heidelberg: Springer Spektrum, 2014. DOI: 10.1007/978-3-642-38522-3.

- [242] NASA. „Examining Spatial (Grid) Convergence“. URL: <https://www.grc.nasa.gov/www/wind/valid/tutorial/bibliog.html#Roach94>. Zuletzt aufgerufen: 21. März 2024.
- [243] Patrick J. Roache. „Verification and validation in computational science and engineering“. Albuquerque, NM: Hermosa Publ, 1998.
- [244] DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Hrsg. „Nichtrostende Stähle - Teil 1: Verzeichnis der nichtrostenden Stähle“. DIN EN 10088-1. Berlin: Beuth Verlag GmbH. DOI: 10.31030/2102106.
- [245] Johannes Neukäufer, Bernhard Seyfang und Thomas Grützner. „Investigation of Contact Angles and Surface Morphology of 3D-Printed Materials“. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 59.14 (2020), S. 6761–6766. DOI: 10.1021/acs.iecr.0c00430.
- [246] Rajesh Kumar Singh, Jie Bao, Chao Wang, Yucheng Fu und Zhijie Xu. „Hydrodynamics of countercurrent flows in a structured packed column: Effects of initial wetting and dynamic contact angle“. *Chemical Engineering Journal* 398 (2020), S. 125548. DOI: 10.1016/j.cej.2020.125548.
- [247] Robert N. Wenzel. „Surface Roughness and Contact Angle“. *The Journal of Physical and Colloid Chemistry* 53.9 (1949), S. 1466–1467. DOI: 10.1021/j150474a015.
- [248] A. B. D. Cassie und S. Baxter. „Wettability of porous surfaces“. *Transactions of the Faraday Society* 40 (1944), S. 546. DOI: 10.1039/TF9444000546.
- [249] DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Hrsg. „DIN 55660-2:2011-12, Beschichtungstoffe - Benetzbarkeit - Teil 2: Bestimmung der freien Oberflächenenergie fester Oberflächen durch Messung des Kontaktwinkels“. Berlin: Beuth Verlag GmbH. DOI: 10.31030/1823008.

