Entwicklung und Charakterisierung miniaturisierter flüssig-flüssig Extraktoren

Dissertation

zur Erlangung des Doktorgrades

der Ingenieurswissenschaften (Dr.-Ing.)

vorgelegt von

Dipl.-Ing. Tim Wellsandt

aus Bad Gandersheim

genehmigt von der Fakultät für Mathematik/Informatik und Maschinenbau der Technischen Universität Clausthal

Tag der mündlichen Prüfung

15.04.2016

Vorsitzender der Prüfungskommission

Prof. Dr.-Ing. Gunther Brenner

Hauptberichterstatter

Prof. Dr.-Ing. Jochen Strube

Mitberichterstatter

Prof. Dr.-Ing. Marcus Grünewald

Thermische Verfahrens- und Prozesstechnik

Tim Wellsandt

Entwicklung und Charakterisierung miniaturisierter flüssig-flüssig Extraktoren

D 104 (Diss. TU Clausthal)

Shaker Verlag
Aachen 2016

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek
Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über http://dnb.d-nb.de abrufbar.

Zugl.: Clausthal, Techn. Univ., Diss., 2016

Copyright Shaker Verlag 2016
Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-4914-5
ISSN 2193-6560

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen
Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9
Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Danksagung

Diese Doktorarbeit stellt für mich das Ende einer langen Reise der Ausbildung dar. Eine solche Reise bestreitet man selten allein und noch seltener ohne Hilfe. Zu Beginn der Arbeit möchte ich daher einigen Personen für ihre Hilfe in vielerlei Form danken.

Meinem Doktorvater Professor Dr.-Ing. Strube danke ich dafür, dass er mir die Möglichkeit der Promotion am Institut für Thermische Verfahrens- und Prozesstechnik geboten und mich auf diesem Weg stets unterstützt hat. Neben den wissenschaftlichen Themen empfand ich vor allem den persönlichen Zusammenhalt innerhalb der Arbeitsgruppe als außergewöhnlich, der von Professor Strube durch zahlreiche Seminare und andere Gelegenheiten zusätzlich gefördert wurde.

Professor Dr.-Ing Brenner danke ich für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes und Professor Dr.-Ing Grünewald für die Übernahme der Mitberichterstattung. Mein Dank geht natürlich auch an Dr. Michael Gahr für die Projektorganisation und an das Bundesministerium für Wirtschaft und Energie für die Finanzierung dieses Forschungsprojektes.

Einen entscheidenden Beitrag zum Gelingen meiner Arbeit haben die technischen Mitarbeiter in der Institutswerkstatt geleistet. Insbesondere den Kollegen Wolfang Otto, Umar Umarov und Kai Noll möchte ich daher für die vielen hilfreichen Diskussionen und die hervorragende praktische Arbeit danken. Auch Frank Steinhäuser und Volker Strohmeyer will ich an dieser Stelle für die Hilfe im Labor und an den Anlagen meinen Dank aussprechen. Nicht unerwähnt bleiben soll Roland Mecke, der neben der regelungstechnischen Hilfe auch durch zahlreiche philosophische Diskussionen für eine gute Arbeitsatmosphäre gesorgt hat.

Die Zeit am Institut hat mir auch wegen des ausgezeichneten Zusammenhalt mit meinen wissenschaftlichen Arbeitskollegen Petra Gronemeyer, Holger Thiess, Martin Lucke, Steffen Zobel und den ehemaligen Kollegen bei Tagungen oder verschiedenen Seminaren und Veranstaltungen viel Spaß gemacht.

Den während meiner Promotion am Institut beschäftigten Studenten David Franzen, Leon Klepzig und Axel Schmidt möchte ich für die Zuarbeit und die Diskussionen danken. Besonders freut mich natürlich, dass die beiden letztgenannten inzwischen ebenfalls am Institut promovieren.

Selbstverständlich sind die insgesamt neun Jahre Studium in Clausthal-Zellerfeld, die mit dieser Arbeit enden, geprägt von den Personen, die einen stets persönlich begleiten. Aus

diesem Grund möchte ich meinen ehemaligen Mitbewohnern Benjamin Stanisch, Hendrik Post, Iraj Koudous und Lienhard Wegewitz für die schöne Zeit ganz besonders danken. Auch an alle anderen Wegbegleiter denke ich gerne zurück.

Meiner ehemaligen Chemielehrerin Frau Ulrike LeBlanc möchte ich herzlich dafür danken, dass sie mein Interesse an der Chemie geweckt und mich dadurch motiviert hat, diesen Weg einzuschlagen.

Das Schreiben dieser Doktorarbeit war nur ein Teil des jetzt vorliegenden Ergebnisses. Für den Einsatz bei den Arbeiten im Hintergrund danke ich Brigitte und Jürgen Kuhnert, die mich auf der Zielgeraden sehr unterstützt haben. Ebenfalls bedanke ich mich bei der Poststelle des Landkreises Osterode. Meiner Familie danke ich für den Rückhalt vom Beginn des Studiums bis zur Promotionsprüfung, ohne den ich meinen Weg nicht hätte gehen können. Ein besonderes Dankeschön geht dabei an meine Mutter, die mir bei den letzten Schritten sehr geholfen hat.

Meiner Freundin Janin danke ich dafür, dass Sie mich bei meiner Entscheidung, weitere 3 Jahre in Clausthal-Zellerfeld zu bleiben, unterstützt hat und dadurch selbst zu einer Clausthalerin wurde. Auf dem Weg durch mein Studium hat sie mir stets beigestanden und mich auch mal aus dem Arbeitsalltag herausgeholt.

Zuletzt möchte ich mir selber für die Entscheidung danken, mein Studium in Clausthal-Zellerfeld zu beginnen. Dadurch hatte ich die Möglichkeit, viele tolle Menschen kennenzulernen und diese Arbeit zu schreiben.

Karlsruhe im November 2016

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung 1

1.1 Motivation 1

1.2 Lösungsweg 3

2 Stand der Technik 5

2.1 Flüssig-Flüssig Extraktion 5

2.1.1 Grundlagen 5

2.1.2 Konventionelle Verfahren 9

2.2 Mikro-/Milliverfahrenstechnik 11

2.2.1 Grundlagen 11

2.2.2 Mischprinzipien 13

2.2.3 Phasenseparation 19

2.2.4 Axiales Dispersionsmodell 22

3 Extraktorentwicklung 24

3.1 Entwicklungskonzept 24

3.2 Funktionsprinzip 27

3.3 Praktische Umsetzung 30

4 Experimentelle Charakterisierung 32

4.1 Versuchsanlage 34

4.2 Stoffsystem 34

4.3 Phasentrennung 35

4.3.1 Membranscreening 35

4.3.2 Durchbruchsdruck 40

4.3.3 Membranfläche 44

4.3.4 Phasenverhältnis 48

4.4 Druckverlust 50

4.5 Extraktionsleistung 53

4.5.1 Machbarkeitsstudie 54

4.5.2 Mischerscreening 59

4.6 Mehrstufige Fahrweise 61

4.7 Fluiddynamik 66

4.8 Optimierungsstudie 76

4.8.1 Druckverlust 77

4.8.2 Extraktionsleistung 81

4.8.3 Fluiddynamik 83

4.9 Literaturvergleich 84

5 Modellgestützte Auslegung 90

5.1 Verwendetes Modell 90

5.2 Simulationsstudien 91

6 Machbarkeitsstudie 95

7 Zusammenfassung 100

8 Literaturverzeichnis 104

9 Abbildungsverzeichnis 123

10 Tabellenverzeichnis 127

11 Symbolverzeichnis 128

11.1 Formelzeichen 128

11.2 Griechische Symbole 129

11.3 Indizes 129

11.4 Abkürzungen 130