

Die großen Vorteile kleiner Anlagen

Die Mikroverfahrenstechnik ermöglicht es, Substanzen effizienter herzustellen

Peter Stipp

Auch in der Verfahrenstechnik geht der Trend zur Miniaturisierung der Geräte. In Mikroreaktoren lassen sich in kleineren, dafür umso zahlreicheren Kanälen Stoffströme kontrollierter und sicherer führen, Substanzen effizienter mischen oder in höherer Reinheit herstellen. Doch für den Einsatz im großen Maßstab fehlen noch standardisierte Baukastensysteme für die Mikroverfahrenstechnik.

Mit einem Umsatz von über 130 Milliarden Euro und ca. 450 000 Beschäftigten nimmt die chemische Industrie eine Schlüsselposition in der deutschen Wirtschaft ein. Durch ihren Transfer von Forschungsleistungen in andere Branchen hat sie eine wichtige Multiplikatorfunktion. Allein der Gesamtumsatz mit neuen Produkten, die aus dem Transfer von Innovationen und neuen Strategien hervorgeht, beläuft sich auf knapp 20 Milliarden Euro jährlich. Investiert wird seit 2002 allerdings eher zurückhaltend. Die Mikroverfahrenstechnik vermehrt in der industriellen Produktion einzusetzen, könnte auf Grund der besseren Prozessbeherrschung mit dazu beitragen, den Standort Deutschland zu stärken.

Der Stand der Mikroverfahrenstechnik

Die unterschiedlichen Prozesse der Verfahrenstechnik nehmen, vor allem in der chemischen und pharmazeutischen Industrie sowie in der Bioverfahrenstechnik, einen breiten Raum ein. Zu diesen Prozessen gehören das Mischen, Reagieren, Temperieren oder Dispergieren von Stoffen. Einer der am häufigsten verwendeten und wohl auch bekanntesten Reaktoren ist der Rührkessel mit seinen typischen kontinuierlichen (Fließbetrieb) oder diskontinuierlichen Abläufen (Batchbetrieb). Um einwandfreie Produkte in hoher Qualität herzustellen, gilt es, eine Vielzahl von Parametern präzise zu kontrollieren, wie Temperatur, Druck und Standzeit des Reaktors. Ebenso bedarf es vorangehender Simulationen der

Mischungs- und Strömungsverhältnisse.

Bei exothermen Reaktionen existiert aufgrund der hohen Temperaturen ein enormes Gefahrenpotenzial, so dass sich einige interessante Prozesse aus diesem Grund in Großanlagen überhaupt nicht durchführen lassen. Gerade für solche Reaktionen bietet sich der Einsatz der Mikroverfahrenstechnik an. Da das große Verhältnis von Oberfläche zu Volumen mit hohen Wärmeübertragungsraten einhergeht, können stark exotherme

Reaktionen isotherm geführt und damit der Reaktionsverlauf besser kontrolliert werden. Dieser Effekt ist zwar seit langem bekannt, kann aber erst jetzt durch den Einsatz von Mikrowärmetauschern besser umgesetzt werden – kleinere Reaktoren lassen sich eben wesentlich einfacher und effizienter kühlen als große Anlagen. Zusätzlich lässt sich die Sicherheit auch dadurch erhöhen, dass man gefährliche Chemikalien nach Bedarf erst direkt vor Ort produziert.

Erste eindrucksvolle Anwendungen von Mikroreaktoren [1] liegen bereits einige Jahre zurück: Bei Merck gelang es, die Ausbeute einer Feinchemikalie von 73 auf 95 % zu steigern, bei der BASF, die Synthese einer Vitaminvorstufe in einem Mikroreaktor durchzuführen. Unternehmen wie Clariant, DuPont, Merck und Siemens Axiva wenden ebenfalls seit längerem erfolgreich die Mikroverfahrenstechnik an. Aber auch von anderen Unternehmen kommen immer häufiger positive Signale in Richtung auf eine industrielle Umsetzung mit geplanten Jahreskapazitäten von bis zu 50000 Tonnen. Die möglichen Anwendungsgebiete reichen von der Chemie- und Pharmaindustrie über die Automobilindustrie bis hin zur



Abb. 1: Werden modular aufgebaute Reaktionssysteme der Mikroverfahrenstechnik (links) bald Großanlagen der konventionellen Verfahrenstechnik ablösen? (Fotos: Ehrfeld Mikrotechnik AG, BASF)

Umwelt- und Bioverfahrenstechnik [2]. Vor einer solchen Verbreitung gilt es allerdings noch einige Hürden zu überwinden. Fast alle bisherigen Entwicklungen waren auf eine spezielle Anwendung zugeschnitten und somit aufwändig und kostenintensiv. Eine Übertragung auf andere Anwendungen war deshalb nahezu ausgeschlossen. Neben den Prototypen für reine Laboreinsätze kamen daher für die Produktion fast ausschließlich Einzelanfertigungen zum Einsatz. Darüber hinaus wurden oft nur Komponenten für spezielle verfahrenstechnische Grundreaktionen angeboten, sodass Mikrokomponenten derzeit noch unzureichend verfügbar sind. Vor allem aber hemmt die mangelnde Kompatibilität von Bauteilen verschiedener Hersteller eine weitere Verbreitung.

Die Entwicklung in der Mikroverfahrenstechnik hat allein im vergangenen Jahr einen deutlichen Schritt in Richtung Serienreife und Produktion gemacht (Abb. 1). Auch die gemeinsamen Anstrengungen von Unternehmen, Instituten und Universitäten für einheitliche Standards und eine modulare Bauweise tragen allmählich Früchte. Da die Unternehmen zudem ihre Bereitschaft äußern, mehr in die-

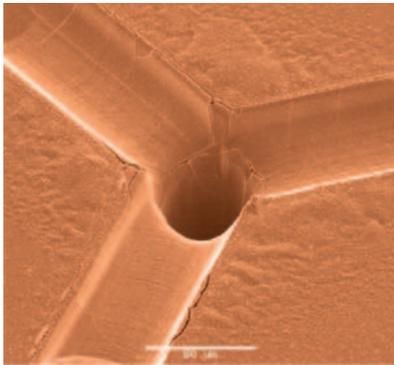
Dr. Peter Stipp ist freier Journalist, peter.stipp@awikom.de

se Technik zu investieren, sollen sich in naher Zukunft neue Herstellungsmöglichkeiten und damit Marktperspektiven ergeben.

Anfertigung von Mikrokomponenten

Eine der wesentlichen Voraussetzungen, um Prozesse exakt in Mikrostrukturen zu führen, sind eng gefasste Toleranzen bei der Herstellung der zugehörigen Komponenten. Ob Kanäle oder erhabene Strukturen wie etwa Röhren, die gewünschten reproduzierbaren Reaktionen mit definierten Kontaktzeiten lassen sich nur durch präzise Mikroproduktionstechniken einhalten. Dies wird umso wichtiger, wenn es darum geht, Mikrokomponenten zwecks höherer Ausbeute parallel zu schalten.

Abb. 2: Mit einem Excimerlaser (Wellenlänge 157 Nanometer) lassen sich Kanalstrukturen, wie hier in Quarzglas, mit Breiten bis 50 μm herstellen. (Quelle: Laser Zentrum Hannover e.V.)



Zur Herstellung der notwendigen Strukturen im μm -Bereich existiert eine Vielzahl von Verfahren [3], etwa das LIGA-Verfahren, additive (Galvanoumformung und Ionenimplantation) und subtraktive Verfahren (Nass- und Plasmaätzen) sowie Laserverfahren und die Mikrozer-spanung. Das LIGA-Verfahren setzt sich aus den Herstellungsschritten Lithographie, Galvanik und Abformung zusammen. Der reine Prozess der Formgebung geschieht über die Strukturierung strahlungsempfindlicher Materialien wie Plexiglas. Es ist hart, transparent und leitet Licht sogar noch besser als Glas. Die UV- und auch die Röntgenlithographie mit einer Synchrotronstrahlungsquelle ermöglichen höchste Qualität der Kanalwände und des so genannten Aspektverhältnisses (Höhe zur lateralen Abmessung).

Wie in vielen Bereichen der Industrie werden Mikrokomponenten auch vermehrt mit Hilfe von Lasern produziert. Neben den Nd:YAG-Lasern kommen dabei hauptsächlich Excimerlaser zum Einsatz, d. h. gepulste Gaslaser, die durch entsprechende Gasfüllungen bei

unterschiedlichen Wellenlängen von 157 bis 351 nm arbeiten. Die Vorteile der UV-Strahlung liegen sowohl in der hohen Photonenenergie für das Aufbrechen von Molekülverbindungen als auch in der hohen Absorption und damit einer schnellen Abtragung (Ablation) des Materials. Durch die geringe thermische Belastung bilden sich dabei weder Schmelzreste noch Strukturrisse, eine teure Nacharbeitung entfällt damit. Mit dem Excimerlaser lassen sich neben Keramiken (wichtig für Hochtemperaturreaktionen) und Metallen auch Polymere sehr präzise dreidimensional bearbeiten. Selbst Materialien mit hoher Transparenz im UV, wie beispielsweise Quarzglas (Abb. 2), lassen sich mit der kürzesten Wellenlänge von 157 nm des F2-Eximerlasers ohne störende Nebeneffekte strukturieren. Dies gilt sogar für Materialien mit deutlich höheren Bindungsenergien wie das oft genutzte Teflon. Die genannten Verfahren zeigen, dass allein schon die Herstellung mikrotechnischer Komponenten ohne fachübergreifende Zusammenarbeit nicht möglich ist – speziell die Physik ist in hohem Maße involviert.

Für die Herstellung von Keramikkomponenten für Hochtemperaturanwendungen bis 1000 °C hat das Forschungszentrum Karlsruhe ein neues Verfahren entwickelt, eine Kombination der Mikrosterolithographie mit einem Heißabformverfahren (Niederdruck-Spritzguss).¹⁾ Hierbei wird zunächst die gewünschte Form über die Lithographie auf eine Polymer-Gussform übertragen, von der Kopien aus Silizium für das Abformverfahren erstellt werden. Nach dem Ausbrennen organischer Restsubstanzen und dem darauf folgenden Sintern erhält man die endgültige Keramikkomponente.

Mikrofluidik

Welche exakten Vorgänge an den Wänden von Mikrokanälen ablaufen und vor allem welche Reibungsmechanismen mit einbezogen werden müssen, ist bislang nur teilweise verstanden und Gegenstand intensiver Forschungen [4]. Die Reibungskräfte zwischen den Flüssigkeitsschichten erzeugen in einem geraden Rohr ein parabolisches Geschwindigkeitsprofil senkrecht zur Strömungsrichtung (Poiseuille-Profil). Die Reynolds-Zahl $Re = \rho v d / \eta$ gibt das Verhältnis der Trägheitskräfte zu den (viskosen) Reibungskräften wieder und beschreibt damit das Strömungsverhalten einer Flüssigkeit. Dabei ist ρ die Massendichte der Flüssigkeit, v

Eine ideale Ergänzung zu den genannten Technologien der Mikrostrukturierung ist die spanabhebende Verarbeitung, mit der sich eine Vielzahl von Werkstoffen bearbeiten lassen. Bei der so genannten Mikrozer-spanung spielt das Drehen mit Diamantwerkzeugen eine zentrale Rolle. Hiermit lassen sich Abweichungen in der Bearbeitung von unter 0,1 μm und gezielte Rauheiten an der Oberfläche von 2 nm erzielen.²⁾ Auch wenn sich die Strukturbreiten in der Mikroverfahrenstechnik mittlerweile in die Richtung „Nur noch so klein wie eben nötig und nicht mehr so klein wie möglich“ bewegen, eine effiziente und vor allen Dingen reproduzierbare Prozessführung ist nur durch Komponenten mit möglichst geringen Fehlertoleranzen möglich.

Mischen und Synthetisieren

Das Mischen von Flüssigkeiten spielt bei vielen Anwendungen der konventionellen Verfahrenstechnik eine große Rolle. In großen Mischbehältern sind turbulente Strömungen, also hohe Reynolds-Zahlen und vorherrschende Trägheitskräfte, die Voraussetzung für eine molekulare Diffusion (s. Infokasten „Mikrofluidik“). Bei Mikromischern hingegen ist die Reynolds-Zahl klein und die genannten Kräfte gehen gegen Null. Wenn solche Systeme mit laminaren Strömungen in der Verfahrenstechnik mehr als nur eine Außenseiterrolle spielen sollen, kommt einer optimierten Diffusion und definierten Verweilzeiten der zu mischenden Reaktanden eine Schlüsselrolle zu. Das Ziel besteht darin, die Kontaktflächen zu vergrößern, indem die Flüssigkeitsströme in dünne Schichten aufgespalten (Multilamination) und nachfolgend wieder zusammengeführt werden.

ihre Strömungsgeschwindigkeit, d der Durchmesser des Mikrokanals sowie η die Viskosität. Aufgrund der geringen Durchmesser von 40 bis 100 μm und Strömungsgeschwindigkeiten von wenigen Millimetern pro Sekunde sind die Trägheitskräfte in Mikrokanälen vernachlässigbar und die Reynolds-Zahlen liegen deutlich unter dem kritischen Wert für einen Übergang zu turbulenten Strömungen, wie beispielsweise in Rührkesseln. Die Strömung ist daher laminar und die unterschiedlichen Fluidschichten mischen sich durch molekulare Diffusion über die Kontaktflächen senkrecht zur Strömungsrichtung.

1) Weitere Informationen finden sich unter hikwww9.fzk.de/imf3/vorhaben/keramik/ (Stichwort „Rapid Prototyping-Prozesskette“)

2) Labor für Mikrozer-spanung, Universität Bremen: www.lfm.uni-bremen.de

Wie schwierig der Aufbau eines solchen Mischers mit einzelnen Zellen für eine exakte Aufspaltung und anschließende Zusammenführung ist, zeigten die ersten Entwicklungen eines so genannten Raupenmischers mit der „Split-Recombine-Technik“. Wie der Name schon suggeriert, werden die Fluidströme getrennt und dann wieder zusammengeführt, und dies mehrfach. Erst in der zweiten Generation der Entwicklung gelang es durch aufwändige Simulationen, die Fluidströme durch Eliminierung von Scherströmungen der Idealvorstellung anzunähern (Abb. 3), indem weitere separate Strukturen in den Fluidstrom eingebracht wurden. Die Strömungsverhältnisse wurden dadurch so weit verbessert, dass sich die Anzahl der Lamellen bei jedem Durchgang durch eine Elementarzelle verdoppelt, die Dicke halbiert und die Mischzeit auf 25 % reduziert.³⁾ Der Raupenmischer wurde speziell für hohe Flussraten konzipiert und ist damit auch für den Produktionseinsatz geeignet. In der Praxis wurden bereits Volumenströme von bis zu 350 l/h für mischbare flüssig/flüssig-Systeme erreicht. Der Vorteil dieses Mischers besteht darin, dass er sich auch bei chemischen Reaktionen mit geringen Ausfällungen einsetzen lässt.

Dass Mikroreaktoren auch beim Emulgieren, einer Reaktion von fluiden Zweiphasensystemen, eingesetzt werden können, zeigen folgende Anwendungen. Emulsionen sind häufig hochpreisige Produkte, trotz der oft sehr kleinen Mengen. Gerade deshalb war es nahe liegend, auch hier die Möglichkeiten der Mikroverfahrenstechnik umzusetzen. Eine Emulsion ist ein heterogenes Gemisch zweier nicht miteinander mischbaren Flüssigkeiten wie Wasser in Öl, oder auch die umgekehrte Variante, wobei die Größe der produzierten Tröpfchen ein wesentliches Qualitätsmerkmal ist. Einer der vielfältigen Mischertypen, der für das Emulgieren eingesetzt werden kann, ist der Interdigital-Mikromischer (Abb. 4). Er lässt sich im Gegensatz zum Raupenmischer, der seine Stärken mehr bei möglichen Ausfällungen hat, auch beim Mischen von Mehrphasensystemen einsetzen. Wird die Geometrie eines solchen Interdigital-Mikromischers entsprechend modifiziert, bilden sich beim Emulgieren nicht Lamellen, sondern Fluidzylinder. Diese zerfallen im weiteren Verlauf

durch regelmäßige Fragmentation in die gewünschten gleich großen Tropfen. Hierbei wird ein als Rayleigh-Plateau-Instabilität bekannter hydrodynamischer Vorgang genutzt. Eine solche Umwandlung eines flüssigen Zylinders in einzelne Tropfen kann man auch im täglichen Leben beobachten: Wird der zylindrische Querschnitt eines Wasserstrahls immer weiter reduziert, zerfällt er ab einem bestimmten Durchmesser in einzelne Tropfen, da die Kugelform ein günstigeres Verhältnis von Volumen zu Oberfläche hat als der Zylinder. Das Foto eines Interdigitalmischers aus Glas gibt den Zerfall der Wasserzylinder in Silikonöl sehr anschaulich wieder und zeigt auch eine gute Übereinstimmung mit dem zeitlichen Ablauf in der Simulation.

Japanischen Forschern an den Universitäten Tokyo und Tsukuba gelang es, eine stabile Öl-in-Wasser-Dispersion herzustellen. In einem Prototyp wurde Sojabohnenöl mit einem Druck von 1,8 kPa durch einen Mikroreaktor mit 10000 Kanälen von jeweils 200 μm Länge und 20 μm Breite in eine wässrige Phase gepresst. Das Resultat war eine Emulsion aus Öltröpfchen mit einer Genauigkeit im Durchmesser von $32,5 \mu\text{m} \pm 1,5 \%$. Innerhalb einer Stunde konnten 6,5 ml einer stabilen Emulsion hergestellt werden.

Wichtig für die Beurteilung einer sinnvollen Umsetzung aus dem Labormaßstab in die Produktion ist aber nicht nur ein Vergleich der erreichten Selektivitäten, sondern auch die Betrachtung des Energieaufwandes im Vergleich zum konventionellen Rührer. Es hat sich gezeigt, dass die notwendige Energie für die Herstellung gleich großer Tropfen im Mikromischer um den Faktor zehn geringer ist.

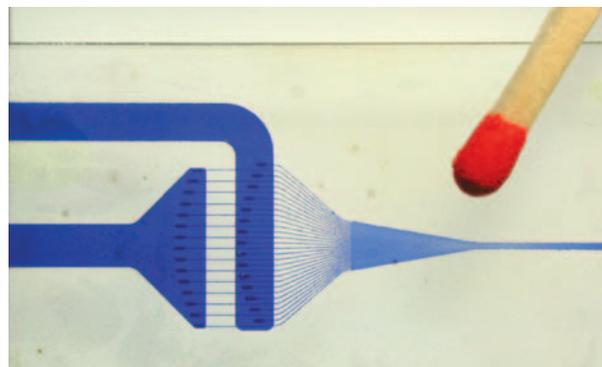


Abb. 4: Nur $70 \times 150 \mu\text{m}$ messen die dreißig parallelen Mikrokanäle in diesem sog. Dreiecks-Mikromischer aus Glas (Länge 25 mm), mit dem sich Mischvorgänge untersuchen lassen (links). Nach 4 ms zerfallen

Die kostengünstige und effiziente Synthetisierung chemischer Substanzen zu komplexen Strukturen ist eines der Hauptziele der chemischen und pharmazeutischen Industrie. Ein bekanntes konventionelles

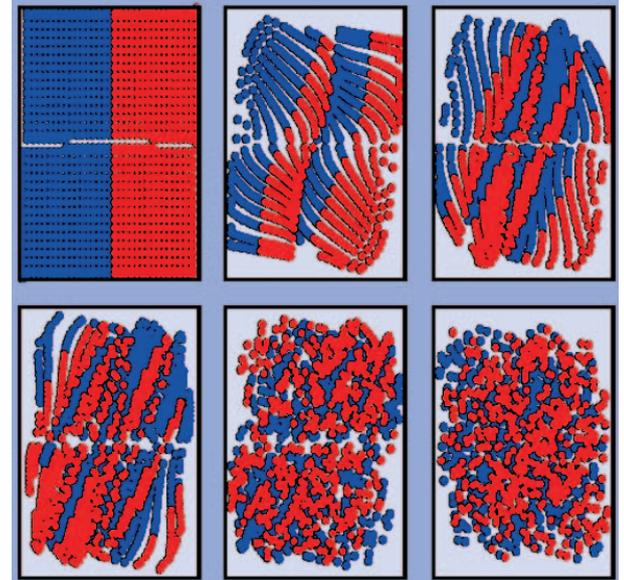
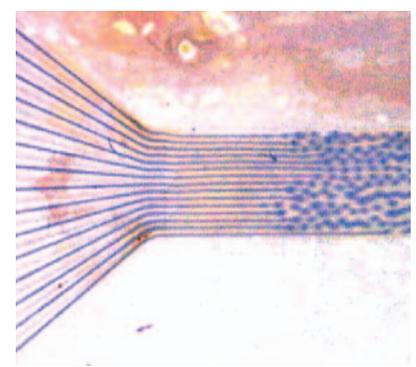


Abb. 3: In simulierten Querschnittsprofilen sieht man, wie sich zwei Flüssigkeiten (blau und rot) effizient mischen lassen, wenn die Strömungslamellen gezielt aufgespalten werden und sich dabei ihre Zahl pro Elementarzelle verdoppelt. (Quelle: IMM GmbH)

Verfahren ist die elektrochemische Synthese. Sie hat den Vorteil, dass keine Oxidationsmittel notwendig sind und auch keine Nebenprodukte entstehen, die nach der Reaktion durch Destillation oder Extraktion entsorgt werden müssen. Die Reaktion findet ohne „Umwege“ statt, was im Vergleich zu anderen Verfahren eine präzisere Einstellung der Reaktionsparameter und damit eine hohe Reinheit des Endproduktes ermöglicht. Auch hier lassen sich Mikroreaktoren erfolgreich einsetzen, wie das Beispiel eines Reaktors

3) Siehe dazu <http://imm.medialog24.de/v0/vvseitend/vvleistung/misch2.html> (Institut für Mikrotechnik Mainz, IMM)



die Wasserzylinder in Silikonöl aufgrund der Rayleigh-Plateau-Instabilität (rechts) (Quelle: IMM GmbH)

zeigt, dessen Entwickler 2003 den Rheinland-Pfälzischen Erfinderpreis erhielten³⁾ und der speziell für elektroorganische Synthesen entwickelt wurde.

Der Kern dieses elektrochemischen Mikroreaktors besteht aus planparallelen Platten, die durch Folien mit mikrostrukturierten Kanälen voneinander getrennt sind. Wird die organisch-chemische Substratlösung in den Mikrokanälen über die Elektroplatt geleitet, findet die Synthese zum Endprodukt über der

onen der Fall, die seit nunmehr fast zehn Jahren im Labormaßstab getestet und weiterentwickelt wurden. Die größten Schwierigkeiten auf dem Weg zur Produktion bestanden darin, die aus den kleinen Strukturen erzielten positiven Resultate auf große Mengen zu übertragen. Ein Beispiel für eine erfolgreiche Umsetzung ist die Inbetriebnahme der kürzlich eingeweihten DEMIS-Pilotanlage im Industriepark Wolf-

dies bei dieser Anlage während des laufenden Betriebes durchführen.

Gesteigerte Ausbeute

In der Praxis der konventionellen Verfahrenstechnik wurden die Anlagen für eine Übertragung aus dem Laborbereich in die Produktion entsprechend vergrößert (Scale-up) oder zur Steigerung der Produktqualität in Serien geschaltet (Rührkesselkaskade). Um auch bei der Mikroverfahrenstechnik den notwendigen höheren Durchsatz zu erreichen, müssen die Reaktoren parallel geschaltet werden. Diese Technik wird als Numbering-up bezeichnet und klingt zunächst relativ einfach, bedingt aber eine aufwändige Steuer- und Regelungstechnik. Hinzu kommt, dass selbst unter optimalen Voraussetzungen schon bei nur einem Reaktor Foulingprobleme (Verstopfungen) auftreten können, auch wenn keine Nebenprodukte oder gar feste Reaktionsprodukte während des Mischprozesses entstehen. Um diese Probleme zu reduzieren, wurden neue Wege beschritten, die von einer etwas größeren Bauweise eines Mikromischers über spezielle Flüssigkeits-Verteil-Systeme bis hin zu einem Mischer mit fluiden Trennschichten reichen. „Nur noch so klein wie eben für die Multilamination und Diffusion nötig“ reicht auch aus, und trotzdem ist dieser Mischer mit seinen 19600 Schlitzten nur etwa doppelt so groß wie eine Zigarettenschachtel.⁵⁾ Der Durchsatz bei einer Auffächerung der Strömungslamellen auf 50 µm liegt für wässrige Medien immerhin bei 1000 Litern pro Tag! Auch wenn dieser Wert nur unter der Voraussetzung vergleichbarer Viskositäten gilt, so zeigt er doch, dass sich die Produktionsmengen dieses Mixers langsam in Richtung der konventionellen Verfahrenstechnik bewegen. Zudem sind auch hier Energie- und Zeitaufwand im Vergleich deutlich geringer. Spezielle Ausführungen erlauben mittlerweile sogar die Durchführung Fouling-intensiver Reaktionen und sogar anorganische Pulversynthesen. Die hierbei eingesetzte Aufspaltung beruht ebenfalls auf dem Prinzip der Multilamination, nur verzögert ein Trennfluid den Mischprozess (Separationsschicht-Mischer). Die Dicke dieser Schicht lässt sich je nach Reaktionsteilnehmer über den Zufluss so einstellen, dass sich eine Rückvermischung und damit ein Verstopfen ausgeschlossen lässt. Die eigentliche Reaktion

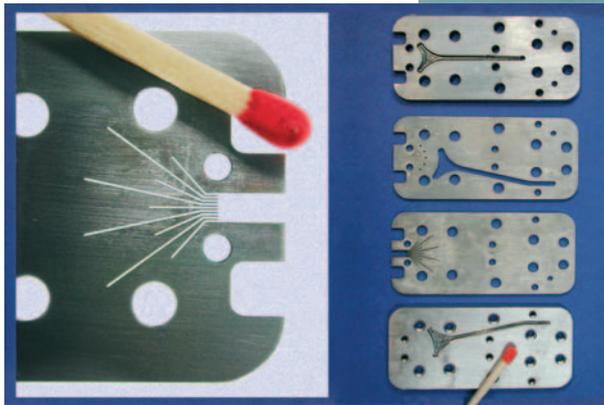


Abb. 5: Im Separationsschicht-Mischer (links) verhindert ein Trennfluid das Einsetzen einer Reaktion und damit mögliche Ausfällungen innerhalb der Kanäle. Die gewünschte Reaktion setzt erst ein, nachdem beide Reaktanden die Auslasslamellen verlassen haben (farbiger Tropfen, rechts). (Quelle: IMM GmbH)

gesamten Kanaloberfläche per Elektrolyse statt. Der Spannungsabfall während dieses Vorgangs ist gering, da die Elektroden nur in Abständen von ca. 25 bis 100 µm angeordnet sind. Die bei dem Prozess entstehende Wärme wird durch eine im Reaktor integrierte Kühlung gezielt abgeführt, so dass lokale Überhitzungen (Hot-Spots) auch bei großen Umsatzraten vermieden werden. Aufgrund der geringen Größe des Reaktors ist sowohl eine verteilte Produktion (on-site) als auch eine Herstellung bei Bedarf (on-demand) möglich – die Flexibilität steigt also. Gerade durch die letzte Möglichkeit können die oftmals hohen Risiken durch Lagerungen großer Mengen gefährlicher Chemikalien deutlich reduziert werden.

Die Möglichkeit, einfach und effektiv kühlen und gleichzeitig große Stoff- und Wärmemengen transportieren zu können, bietet enorme Vorteile bei stark exothermen Reaktionen. Dies ist z. B. bei den in der Verfahrenstechnik oft genutzten Hochtemperatur-Gasphasenreakti-

gang bei Hanau. DEMIS steht für „Demonstrationsprojekt zur Evaluierung der Mikroreaktionstechnik in industriellen Systemen“. Projektpartner der vom BMBF geförderten Anlage sind neben der Degussa AG und der Uhde GmbH die Universität Erlangen-Nürnberg, die Technischen Universitäten Darmstadt und Dresden sowie das MPI für Kohlenforschung in Mühlheim.

Auch bei der Herstellung der in vielen Branchen genutzten Pigmentstoffe, allen voran die Farb- und Lackindustrie, gelang es, Qualität und Farbeigenschaften mit Mikroreaktoren im Dauerbetrieb zu verbessern. Bei der Pigmentherstellung sind sowohl die Größe der Kristalle als auch die Farbintensität zwei wesentliche Qualitätsfaktoren. Im Gegensatz zum herkömmlichen Batch-Verfahren gelang es mit Mikroreaktoren mit strukturierten Metallfolien, Pigmente mit konstanten und reproduzierbaren Parametern in höchster Qualität zu synthetisieren.⁴⁾ Auch hier spielen isotherme Bedingungen und eine bessere Durchmischung im Vergleich zu herkömmlichen Anlagen eine große Rolle. Die hergestellten Pigmente sind kleiner, die Schwankungen der Korngrößen geringer und sie haben fast 150 % mehr Farbintensität. Zwar gibt es auch negative Effekte wie die Sedimentation, das heißt, dass die Mikrokanäle verstopfen und mehrfach am Tag gereinigt werden müssen, allerdings lässt sich

4) www-cpc-net.com;
www.clariat.com

5) Ehrfeld Mikrotechnik
AG, www.ehrfeld.com

findet dann nicht nur außerhalb der Mikrostrukturen statt, sondern auch in ausreichender Entfernung von den nur 150 μm großen Auslasslamellen (Abb. 5).

Ein ähnliches System, in dem sich die Produkte ebenfalls nicht gemeinsam in einem Mikrokanal befinden, ist der fast universell einsetzbare MicroJetReaktor.⁶⁾ Er kann sogar zur Herstellung von Mikro- und Nanopartikeln aus Metalloxiden und hochwertigen organischen Pulvern verwendet werden. Die wesentlichen Erfolge sind auch hier eine einheitlichere Morphologie und Verteilung der Partikelgrößen. Die Substanzen werden bei diesem System unter einem Druck von bis zu 4000 bar durch gegenüberliegende Saphir-Düsen mit Öffnungen von 60 bis 350 μm gepumpt und treffen mit Geschwindigkeiten von bis zu 1 km/s zusammen. Dabei löst hydrodynamische Kavitation physikalische und chemische Prozesse aus. Um störende Nebenreaktionen auszuschließen, wird das Mischprodukt anschließend zusammen mit kaltem Inertgas durch einen Wärmetauscher geleitet. Bereits vor einem Jahr wurde im Labormaßstab ein Durchsatz von 50 l/h erreicht. Für spezielle Fällungsreaktionen kann man bei einer Zufuhrate von 500 l/h immerhin Produktionsraten von bis zu 20 kg/h erzielen. Die erste Anlage dieser Art ist bereits ausgeliefert und wird seit Beginn des Jahres 2003 in der Produktion eingesetzt.

Modulare Systeme

Ein Aufbau aus reinen Mikroreaktorkomponenten, meist als monolithisches Konzept bezeichnet, ist bereits über das Prototypenstadium hinaus und wird vorwiegend bei speziellen Reaktionen eingesetzt. Viele Anwendungen in der Mikroverfahrenstechnik hingegen basieren auf einer Hybridlösung, das heißt, sie werden zusammen mit konventioneller Anlagentechnik betrieben. Auch dieses Konzept wird bereits erfolgreich umgesetzt, allerdings machen die nicht standardisierten Schnittstellen zur Peripherie das Ganze in vielen Fällen aufgrund von Einzelanfertigungen noch zu einer überteuerten Investition.

Die Industriepattform Modulare Mikroverfahrenstechnik- $\mu\text{Chemtec}$ hat sich daher zur Verbesserung dieser Situation im Rahmen des Deutschen Förderprogramms MST 2000+ zum Ziel gesetzt, ein industrielles Netzwerk mit standardisier-

ten Schnittstellen und Verbindungselementen mehrerer Hersteller zu schaffen. Mittlerweile sind hier rund 45 Firmen und Forschungseinrichtungen beteiligt, die einen neuen flexiblen Standard auf Modulbasis entwickelt haben.⁷⁾ Der erstmals auf der Achema 2003 vorgestellte Baukasten $\mu\text{Chemtec}$ besteht aus mikrotechnischen Komponenten mit Kantenlängen von 45 Millimetern und einem zentralen Baustein, dem Backbone-System (Abb. 6). Dieses dient dazu, die Fluidströme zwischen den Modulen zu führen und ermöglicht es darüber hinaus auch, Flüssigkeiten zum Kühlen oder auch Heizen einzukoppeln. Weitere mikrotechnische Komponenten wie Mikroreaktoren, Mischer, Wärmetauscher oder auch Ventile lassen sich über standardisierte Anschlüsse ankoppeln. Solche Module, gerade auch in Verbindung mit konventionellen Anlagen, sind nicht nur kostengünstiger, sondern ein weiterer und wichtiger Schritt auf dem Weg zur Produktion (Abb. 1).

Bewertungen neuer Technologien, die ähnlich der Mikroelektronik Branchen übergreifend hohe Wachstumsraten bescheren können, sind ein wesentlicher Baustein zur Einschätzung von Zukunftsmärkten. Die 2002 veröffentlichte PAMIR-Studie (Potential and Applications of Micro Reaction Technology)⁸⁾ gibt eine ungefähre Abschätzung über das wirtschaftliche Potenzial der Mikroverfahrenstechnik in Produktionsprozessen wieder. Sie geht allein für die Mikroreaktortechnik in den Bereichen F&E, Katalysator-Screening sowie Verfahrensoptimierungen in der Chemischen Industrie von einem Marktvolumen von 36 Millionen Euro aus. Ungefähr 60 % der befragten Entscheider waren bereit, innerhalb der kommenden fünf Jahre in diese neue Technik zu investieren – ca. zwei Drittel davon kamen aus der chemischen Industrie. Für die komplette Mikrosystemtechnik hat das europäische Netzwerk für Mikrosystemtechnik (NEXUS)⁹⁾ sogar ein Potenzial von 30 Milliarden Euro ermittelt.

Fazit

Die bisherigen Anwendungen der Mikroverfahrenstechnik auf ausgewählte verfahrenstechnische Prozesse haben durchwegs positive Resultate gezeigt. Nicht nur, dass sich die Durchsätze langsam denen der konventionellen Technik annähern, die Produkte sind auch von höhe-

rer Reinheit und lassen sich zudem schneller herstellen. Darüber hinaus besteht langfristig die Möglichkeit, die Produkte dort zu produzieren, wo sie gebraucht werden. Die Mikroverfahrenstechnik wird somit die zukünftigen Entwicklungen der chemischen und pharmazeutischen Industrie entscheidend prägen. Der erste Schritt auf dem Weg zu



Abb. 6: Modulsystem $\mu\text{Chemtec}$ mit mikrotechnischen Komponenten. Das zentrale Backbone-System dient zur Führung der Fluidströme. (Quelle: Dechema)

einer neuen Schlüsseltechnologie ist bereits gemacht. Dies zeigt sich sehr deutlich in der pharmazeutischen Industrie, wo Techniken zur Erforschung neuer Wirkstoffe und möglichst kurze Zeiten bis zur Marktreife eines Medikaments wettbewerbsentscheidende Faktoren sind. Mit der begonnenen Standardisierung modularer Mikrosysteme und der Schnittstellen zur konventionellen Technik bieten sich schon in naher Zukunft neue Möglichkeiten, schneller und mehr Reaktionen beurteilen zu können und so den großen Nutzen der Mikroverfahrenstechnik zu demonstrieren, auch im Hinblick auf weitere Anwendungsfelder.

Literatur

- [1] W. Ehrfeld, V. Hessel und H. Löwe, *Micoreactors*, Wiley-VCH, Weinheim (2000)
- [2] H. Becker und C. Gärtner, *Phys. Bl.*, Juni 1999, S. 51
- [3] W. Ehrfeld, *Handbuch Mikrotechnik*, Hanser, München (2001)
- [4] T. Pfohl und S. Herminghaus, *Physik Journal*, Januar 2003, S. 35

6) Synthesechemie GmbH, www.synthesechemie.de

7) www.mikrochemtec.de

8) Weitere Informationen und eine Zusammenfassung der Studie finden sich unter <http://imm.medialog24.de/v0/vvseitend/vvmaerkte/pamir.html>

9) <http://nexus-mems.com/>