

# **Pulvereintrag in brennbare Lösungsmittel Übersicht der Explosionsgefahren und Präventivmaßnahmen**

Martin Glor \*

Schweizerisches Institut zur Förderung der Sicherheit - Sicherheitsinstitut WRO-1055.5.23,  
Postfach  
CH-4002 Basel, Schweiz

## **Kurzfassung**

Dieser Bericht bewertet und analysiert die Explosionsgefahren, die sich aus Prozessen des Eintrags von Pulvern in Großcontainer, Schüttgutbehälter und Reaktoren, in denen auch brennbare Dämpfe von Lösungsmitteln vorhanden sein können, ergeben. Die Bildung und Merkmale von explosionsfähigen Atmosphären und das Auftreten prozessbedingter Zündquellen, wie z.B. elektrostatische Aufladung, werden beschrieben. Die am häufigsten angewandten Präventivmassnahmen werden aufgezeigt und einschließlich ihrer Vor- und Nachteile erläutert.

## **Stichworte:**

Pulvertransfer, explosionsfähige Atmosphären, brennbare Lösungsmittel, Zündgefahren, elektrostatische Aufladung

## **1 Einleitung**

Der Pulvereintrag in brennbare Lösungsmittel stellt einen durchaus üblichen Vorgang dar, der häufig in den verschiedenen Zweigen der Prozessindustrie angewandt wird. Dabei müssen normalerweise Zusätze, Pigmente, Katalysatoren oder sonstige Reaktionsstoffe in Reaktoren, Großgebinden und Schüttgutbehältern in Pulverform hinzugefügt werden. Sehr oft enthält der zu befüllende Behälter ein brennbares Lösungsmittel, das entweder bereits in großer Menge vorgelegt ist oder aus Rückständen vorheriger Verarbeitungsabläufe oder Waschvorgänge stammt.

Je nach Flammpunkt des Lösungsmittels sowie der Umgebungstemperatur kann sich eine explosionsfähige Dampfatmosfera im Behälter und im Umfeld des Behälters bilden. Falls das Pulver, das in den Behälter eingetragen wird, ebenfalls brennbar ist, kann zusätzlich ein explosionsfähiges Staub/Luftgemisch im Behälter als auch im Umfeld gebildet werden.

Zusammen mit den Dämpfen eines brennbaren Lösungsmittels kann das explosionsfähige Staub-/Luftgemisch eine Hybrides Gemisch ergeben. Selbst unter Berücksichtigung aller Vorsichtsmaßnahmen, übliche und wirksame Zündquellen hervorgerufen z.B. durch elektrische Geräte, mechanische Belastung, Schneiden, Schweißen, offene Flammen, Rauchen usw. auszuschließen, bleibt die Gefahr elektrostatischer Zündquellen im Zusammenhang mit dem eigentlichen Transferprozess bestehen.

Aufgrund der oben angeführten Explosionsgefahren ist es ganz und gar nicht verwunderlich, dass diese Art des Vorgehens eine der gefährlichsten Operationen in der Prozessindustrie darstellt. Dies geht auch klar aus den Statistiken über Ereignisfälle hervor. Nicht nur die Wahrscheinlichkeit sondern auch speziell die Tragweite ist extrem hoch. Normalerweise ist mindestens ein Mitarbeiter bei solchen Transferoperationen tätig, häufig sogar mehrere. Im Fall einer Explosion sind sie direkt der Druckwelle und dem Feuerball ausgesetzt, die, speziell im Fall einer Staubwolke oder Hybrider Gemische, ernsthafte wenn nicht sogar lebensgefährliche Verbrennungen hervorrufen.

Die oben aufgeführten Fakten erfordern dringend Maßnahmen zur Prävention von Explosionen. Wie klar aus den ATEX-Richtlinien [1-2] hervorgeht, soll der Arbeitgeber geeignete technische bzw. organisatorische Maßnahmen je nach Art der Operation mit Prioritäten gemäß den folgenden Grundsätzen ergreifen:

- Maßnahmen zur Vermeidung der Entstehung von explosionsfähigen Atmosphären, oder wo bestimmte Tätigkeiten eine Vermeidung ausschließt,
- Maßnahmen zur Vermeidung der Entzündung von explosionsfähigen Atmosphären, und
- Maßnahmen zur Begrenzung von Explosionsauswirkungen, um die Gesundheit und Sicherheit der Mitarbeiter zu gewährleisten.

Diese Maßnahmen sollen nötigenfalls kombiniert bzw. ergänzt werden mit Maßnahmen gegen die Ausbreitung von Explosionen und sollen regelmäßig überprüft werden, insbesondere dann, wenn wesentliche Änderungen stattfinden.

Folglich sollte man auch bei Transferoperationen höchste Vorsicht anwenden, um explosionsfähige Atmosphären auszuschließen. In den folgenden Abschnitten werden die Bildung, die Merkmale und die Wahrscheinlichkeit explosionsfähiger Atmosphären, der Aufbau und die Auswirkung elektrostatischer Aufladung als Zündquelle, sowie mögliche Präventivmassnahmen detaillierter aufgezeigt.

## **2 Bildung, Wahrscheinlichkeit und Mindestzündenergie von explosionsfähigen Atmosphären**

Für eine Beurteilung der Explosionsgefahr während des Pulvereintrags in einen Reaktor, der bereits mit brennbaren Lösungsmitteln geladen ist, ist die Zündempfindlichkeit einer explosionsfähigen Atmosphäre und die Wahrscheinlichkeit, mit der sie an verschiedenen Stellen (innerhalb des Reaktors auf der Oberfläche des Lösungsmittels und im Bereich des Mannlochs) auftritt, ausschlaggebend. Aufgrund dieser Informationen kann beurteilt werden, ob eine Zündquelle wie z.B. elektrostatische Aufladung zündwirksam werden kann. Die Zündempfindlichkeit der explosionsfähigen Atmosphäre wird durch die Mindestzündenergie (MZE) charakterisiert und ist abhängig u.a. von der Dampfdruckkurve des Lösungsmittels, der Dispergierbarkeit des Pulvers und der Lüftungseinstellung.

Die hinreichend bekannte Beziehung zwischen der Dampfdruckkurve einer brennbaren Flüssigkeit, dem explosionsfähigen Bereich von Dampf und dem Flammpunkt wird in Abbildung 1 gezeigt. Die meisten der üblicherweise in der Prozessindustrie verwendeten Lösungsmittel, wie z.B. Spiritus, Toluol, Aceton, Äthylacetate, Ethanol Methanol, Isopropanol etc. weisen einen Flammpunkt weit unter der Raumtemperatur auf.

Außerdem kann sich eine explosionsfähige Staubwolke im Reaktor, im Bereich des Mannlochs und in der Umgebung bilden. Dies hängt von der Art des Pulvers ab, d.h. von der Korngrößenverteilung des Pulvers und der Explosionsfähigkeit des aufgewirbelten Produkts, charakterisiert durch dessen Explosionskenngrößen.

Zumindest innerhalb des Reaktors und im Bereich des Mannlochs vermischt sich die Staubwolke mit den Dämpfen des Lösungsmittels und bildet ein Hybrides Gemisch.

Die Merkmale Hybrider Gemische sind in der Vergangenheit ausführlich untersucht worden [3]. Zu den relevantesten Eigenschaften gehören:

- Selbst wenn die Konzentration beider Komponenten, d.h. die der Staubwolke und die des Lösungsmitteldampfes ihre spezifischen unteren Explosionsgrenzen unterschreiten, kann das hybride Gemisch als ganzes in den Explosionsbereich fallen.
- Die MZE des hybriden Gemisches liegt normalerweise zwischen der MZE der Komponenten. Da die MZE des Lösungsmitteldampfes normalerweise niedriger ist als die MZE des Pulvers, ist die MZE des Hybriden Gemisches normalerweise viel niedriger als die MZE des reinen Pulvers, selbst wenn der Flammpunkt des Lösungsmittels über der Umgebungstemperatur liegt.

Wenn die Gas- oder Dampfkonzentration unter 20 % der unteren Explosionsgrenze liegt, fallen die Auswirkungen des Gases oder des Dampfes nicht ins Gewicht [4]. Das heißt, dass die MZE des reinen Pulvers den richtigen Wert darstellt. Dampfdruckkurven üblicher Lösungsmittel zeigen, dass eine Konzentration von 20 % unter dem unteren Explosionsgrenzwert normalerweise bei einer Temperatur von ca. 30 - 40 K unter dem Flammpunkt erreicht wird, wie in Abbildung 2 gezeigt. Das stimmt natürlich nur, wenn der Flammpunkt nahe der Temperatur liegt, die der unteren Explosionsgrenze gemäß der Dampfdruckkurve entspricht, was normalerweise der Fall ist. Somit kann diese "30 bis 40 K Regel" als Faustregel dienen, um die Wahrscheinlichkeit der Bildung eines Hybriden Gemisches zu beurteilen.

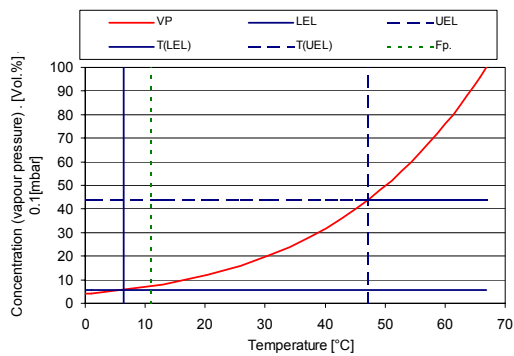


Abb. 1: Beziehung zwischen der Dampfdruckkurve, dem explosionsfähigen Bereich und dem Flammpunkt von Methanol.

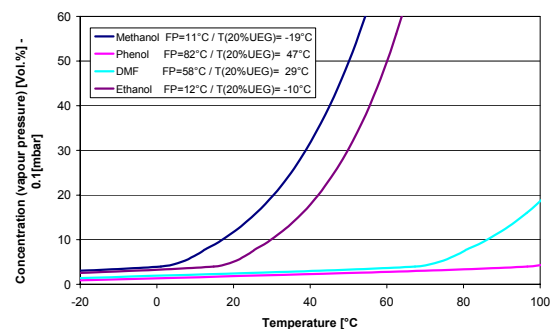


Abb. 2: Dampfdruckkurve verschiedener Lösungsmittel bei Konzentrationen unter der unteren Explosionsgrenze.

Bei Nichtvorhandensein einer Dampfatmosfera durch ein bereits geladenes Lösungsmittel im Reaktor kann sich trotzdem eine Dampfatmosfera durch

Lösungsmittelreste innerhalb des Pulvers bilden. Als Faustregel gilt, dass kein Hybrides Gemisch zu erwarten ist, wenn der Gehalt des Restlösungsmittels im Pulver unter 0,5 % nach Gewicht liegt [4]. Diese Regel gilt jedoch nicht mehr, wenn das lösungsmittelhaltige Pulver gemahlen wird (Bildung neuer Oberflächen und anschließende Desorption des Lösungsmittels).

Dort, wo Zündquellen am wahrscheinlichsten vorkommen (siehe Abschnitt 3), muss das Vorhandensein einer explosionsfähigen Atmosphäre an folgenden Stellen bewertet werden:

1. Nahe der Oberfläche des Lösungsmittels
2. Im oberen Teil des Reaktors
3. Im Bereich des Mannlochs

Wenn der Flammpunkt des Lösungsmittels sehr niedrig ist (hoher Dampfdruck bei Zimmertemperatur), ist die Atmosphäre im Reaktor höchstwahrscheinlich übersättigt (Stelle 1 und 2), wogegen im Bereich des Mannlochs sie höchstwahrscheinlich innerhalb des explosionsfähigen Bereichs liegt. Wenn der Reaktor jedoch mit großen Mengen von Pulver befüllt wird, wird Luft mit eingeschleust, so dass die Atmosphäre im Reaktor ebenfalls explosionsfähig werden kann.

Falls der Flammpunkt nur leicht unter der Umgebungstemperatur liegt, wie im Fall von Toluol oder Methanol, kann die Gasphase im Reaktor von der Flüssigkeitsoberfläche bis zum Mannloch im explosionsfähigen Bereich liegen. Speziell bei Toluol stellt sich bei Raumtemperatur die zündempfindlichste Konzentration ein.

Je nach der Staubungstendenz des Pulvers und der Art und Weise des Eintrags kann eine explosionsfähige Staubwolke innerhalb des gesamten Reaktors und im Bereich um das Mannloch entstehen. So können sich in Verbindung mit vorhandenen Lösungsmitteldämpfen Hybride Gemische im gesamten Reaktor und im Bereich des Mannlochs bilden.

### **3 Bildung und Wahrscheinlichkeit zündwirksamer Zündquellen**

#### **3.1 Mechanische Funken und heiße Oberflächen**

Oft erfolgt eine Beschickung eines Reaktors mit Pulvern über eine Austragshilfe, um Klumpenbildung zu verhindern. Im Fall eines mechanischen Defekts der Austragshilfe können mechanische Funken oder heiße Oberflächen erzeugt werden, die eine explosionsfähige Atmosphäre innerhalb des Reaktors entzünden könnten.

Eine weitere mögliche Zündquelle ist die rotierende mechanische Dichtung auf der Achse der Austragshilfe. Heiße Oberflächen können an dieser Stelle nicht vollständig ausgeschlossen werden.

### **3.2. Elektrostatische Aufladung**

Entladungen aufgrund elektrostatischer Aufladung können an verschiedenen Stellen und bei verschiedenen Schritten des Ablaufprozesses erzeugt werden. Sie können auf dem Transferweg und beim Eintrag des Pulvers in den Reaktor entstehen. Typische Entladungen sind (siehe [5] zur Begriffserklärung):

- Funkenentladungen durch Mitarbeiter sofern sie nicht zuverlässig geerdet sind.
- Funkenentladungen von leitfähigen aber nicht geerdeten Hilfsgeräten, die bei Transfervorgängen zum Einsatz kommen, z.B. Schaufel, Trichter, Rutsche, Rohr usw.
- Büschelentladungen von nichtleitfähigen Hilfsgeräten, z.B. Schaufel, Trichter, Rutsche, Rohr usw.
- Funkenentladungen von leitfähigen aber nicht geerdeten Säcken, Behältern, Fässern, Containern etc., aus welchen das Pulver in den Reaktor transferiert wird.
- Büschelentladungen von nichtleitfähigen Säcken, Behältern, Fässern, Containern etc., aus welchen das Pulver in den Reaktor transferiert wird.
- Funkenentladungen von leitfähigen aber nicht geerdeten Installationsteilen und Einbauten innerhalb des Reaktors.
- Büschelentladung von der Staubwolke, welche sich innerhalb des Reaktors während des Pulvereintrags bildet.

- Büschelentladungen von dem eingetragenen Lösungsmittel, Suspension oder Emulsion, die sich bereits im Reaktor befinden.
- Büschelentladungen von der Pulverschicht, die sich auf der Flüssigkeitsoberfläche innerhalb des Reaktors bildet.
- Schüttkegelentladungen von der Pulverschicht, die sich auf der Flüssigkeitsoberfläche innerhalb des Reaktors bildet.

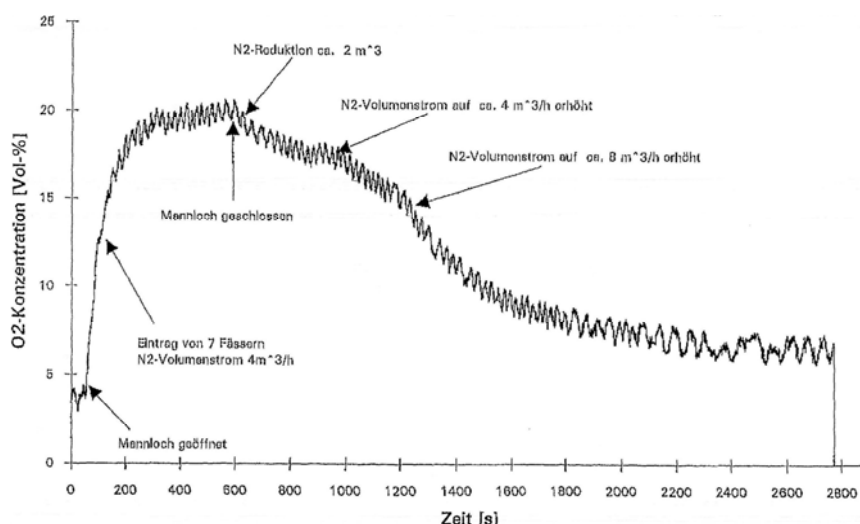
Obwohl solche elektrostatischen Zündquellen in Zusammenhang mit der Anlage, der Verpackung und dem Bedienpersonal prinzipiell durch entsprechende Maßnahmen ausgeschlossen werden können (Einsatz von leitfähigen Materialien und zuverlässige Erdung), bleiben die Entladungen ausgehend von den Produkten bestehen. Sie können nicht ohne wesentliche Veränderungen der Produkteigenschaften ausgeräumt werden.

#### **4 Maßnahmen zum Ausschluss explosionsfähiger Atmosphären**

Wenn der Eintrag des Pulvers offen in einen Reaktor erfolgt, der bereits mit einem brennbaren Lösungsmittel beschickt worden ist, ist es sehr schwierig, explosionsfähige Gase, Dämpfe von Lösungsmitteln, Staub oder hybride Gemische, wie unter Abschnitt 2 aufgezeigt, zu verhindern. Darüber hinaus ist es sehr gefährlich, sich nur auf die Maßnahme "Ausschluss effektiver Zündquellen" zur Vermeidung von Explosionen zu verlassen, wie in Abschnitt 3 aufgezeigt. Dies trifft nicht nur auf Situationen mit brennbaren Lösungsmitteln sondern auch auf Situationen, wo sehr zündempfindliche Pulver mit einer MZE unter 10 mJ in einen lösungsmittelfreien Container eingebracht werden, zu. Praxisbezogene Erfahrung zeigt, dass es auch in diesem Fall sehr schwierig ist, effektive Zündquellen [6-7] auszuschließen. Zieht man in Erwägung, dass im Fall einer Explosion nicht nur Anlage und Bauten schwer beschädigt werden können sondern auch das Leben der Mitarbeiter gefährdet ist, sollte heutzutage eine solche Vorgehensweise nicht mehr offen durchgeführt werden. Der Transfer von Pulver in ein brennbares Lösungsmittel sollte immer unter inerten Bedingungen stattfinden, d.h. der Sauerstoff innerhalb des Reaktors muss unter sein kritisches Level, genannt Sauerstoffgrenzkonzentration (SGK) reduziert werden, unter dem eine Explosion ausgeschlossen ist [3].

Eine Reduzierung von Sauerstoff wird normalerweise durch Hinzufügen von Stickstoff, Kohlendioxid oder ein anderes inertisierendes Gas im Reaktor bewerkstelligt. Eine übliche Methode ist es, den Reaktor zu evakuieren und anschließend mit Inertgas zu befüllen. Mehr technische Details werden in der Literatur [8] beschrieben. Die Erfahrung zeigt, dass beim Öffnen eines Reaktorzugangs die inerte Atmosphäre innerhalb des Reaktors nicht mehr aufrechterhalten werden kann (siehe Abbildung 3). Aufgrund von Diffusion, Turbulenz und Einschleusung von Luft steigt die Sauerstoffkonzentration innerhalb des Reaktors sofort an und übersteigt die SGK nach kurzer Zeit. Demzufolge ist der Pulvereintrag über eine Art Schleuse in den vorab inertisierten Reaktor die einzig sichere Eintragsmethode und stellt heutzutage ein Vorgehen nach dem neuesten Stand der Technik dar.

Es existieren verschiedene Schleusensysteme. Die am häufigsten angewandten Systeme werden schematisch in Abbildung 4 gezeigt.



*Abb.3: Sauerstoffkonzentration in einem vorinertisierten Reaktor nach Öffnung des Ladezugangs und Aufgabe des Pulvers [9].*

Tabelle 1 fasst die Vorteile der verschiedenen Transfersysteme zusammen. Für alle Transfersysteme, ausgenommen das PTS-System, erfolgt eine Sauerstoffanreicherung innerhalb des Reaktors mit steigender Menge des Pulvereintrags. Dies ist ein besonderer Nachteil für Produkte mit geringer Schüttdichte (sichtbare Dichte im Gegensatz zur Skelettdichte) bzw. beim Transfer großer Pulvermengen (Volumen), die nahezu den gesamten freien Gasraum innerhalb des Reaktors füllen. Abbildung 5 zeigt diesen Effekt der Sauerstoffanreicherung im Reaktor aufgrund der in der Pulverschüttung enthaltenen Luft.



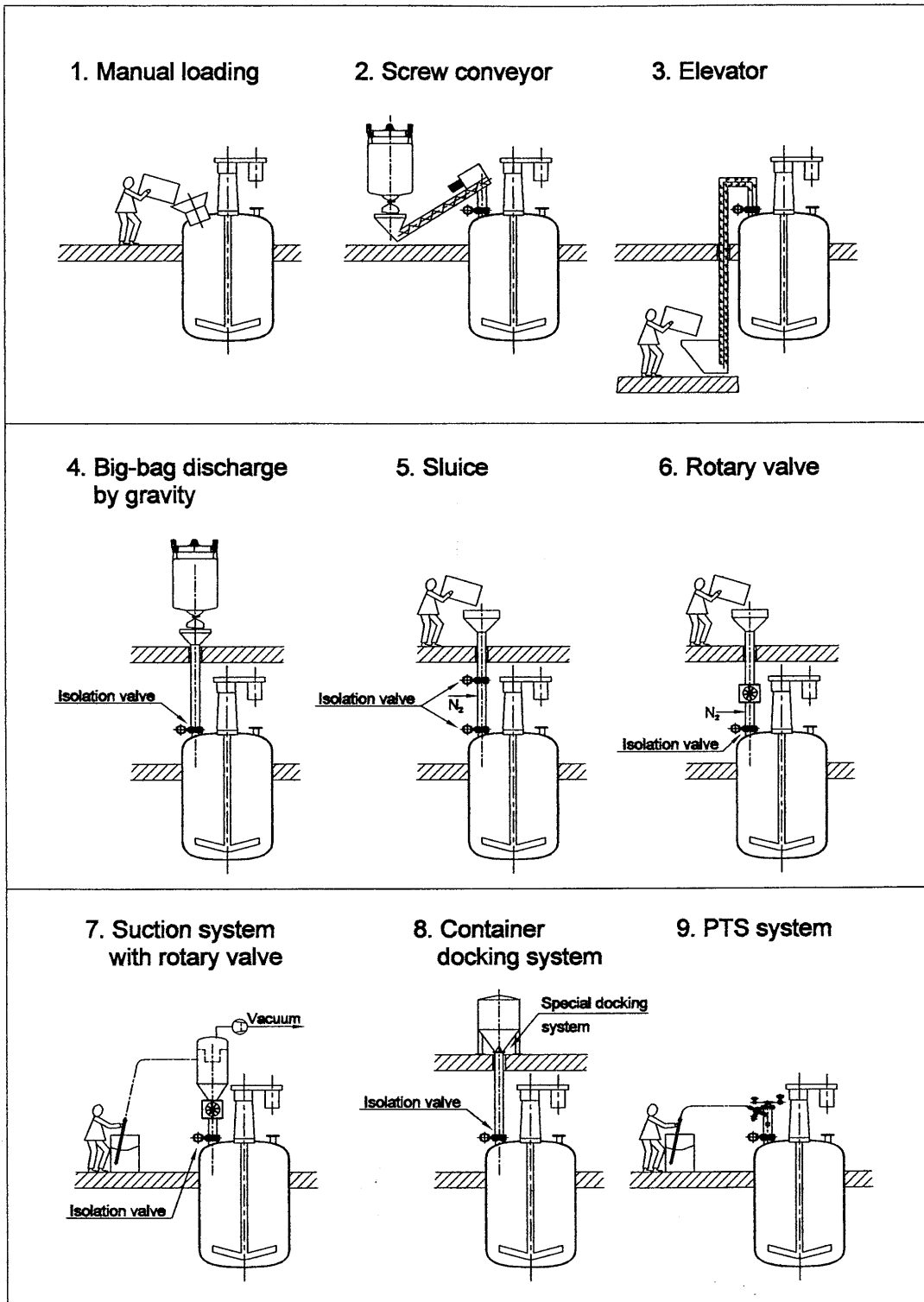


Abb. 4: Verschiedene Methoden des Pulvereintrags in einen Reaktor.

Tab. 1: Eigenschaften der verschiedenen Methoden des Pulvertransfers

	Manueller Eintrag	Förderschnecke	Eimer-/Kettenförderung	FIBC Entleerung	2 Klappensystem	Zellenradschleuse	Vakuumtransfer mit Schleuse	Andockstation für Container	PTS-System
<b>Vermeiden von explosionsfähigen Atmosphären</b>									
Eintrag in geschlossenen Reaktor, Inertisierung möglich	-	+	++	++	++	++	+	++	+++
Einschleusung von Luft beim Pulvereintrag höchst unwahrscheinlich	-	++	-	+	+	+	+	+	+++
Einschleusung von Luft innerhalb der Pulverschüttung ausgeschlossen	-	-	-	-	-	-	-	+	+++
Wiederholte Inertisierung nicht notwendig bei Transfer von großen Mengen	-	++	-	+	+	+	+	+	+++
Inerte Atmosphäre nach Transfer bleibt erhalten	-	+	-	+	+	+	+	+	+++
Diffusion brennbarer Gase oder Dämpfe zur Umgebung ausgeschlossen	-	+	+	+	+	+	+	+	+++
Bildung von Staubwolke in Umgebung nicht zu erwarten	-	+	-	+	-	+	+++	+++	+++
<b>Andere Vorteile</b>									
Notwendiges Platzvolumen (speziell über dem Reaktor) gering	+	+++	.	-	.	-	++	-	+++
Leicht zu reinigen	++	+	-	++	+	+	+	+	++
Mobiles Transfersystem	+++	++	-	-	-	-	-	-	++
Eintrag in unter Druck stehende Systeme	-	-	-	-	-	-	-	-	+++
Unabhängigkeit von Fliesseigenschaften des Pulvers	+++	-	+++	+	+	+	+	++	+++
GMP-Konformität	-	+	-	+	+	+	+	+++	+++
Transfer über große Entfernungen	-	+	++	-	-	-	++	-	++
Investitionen	+++	+	-	+	+	-	-	-	+
Befüllung von lösungsmittelfeuchtem oder nassem Pulver	+++	+	++	++	+	+	+	+	+++
Für Mehrzweckanwendungen	+	-	-	++	+	+	++	+	+++
Gewährt Produktionsflexibilität	+	+	-	++	-	+	+	-	+++
Automatisierter Betrieb	-	+	+	+	+	++	++	++	++
Umwelt-, gesundheits und sicherheitsfreundlich	-	+	+	+++	+	+	+	+	+++

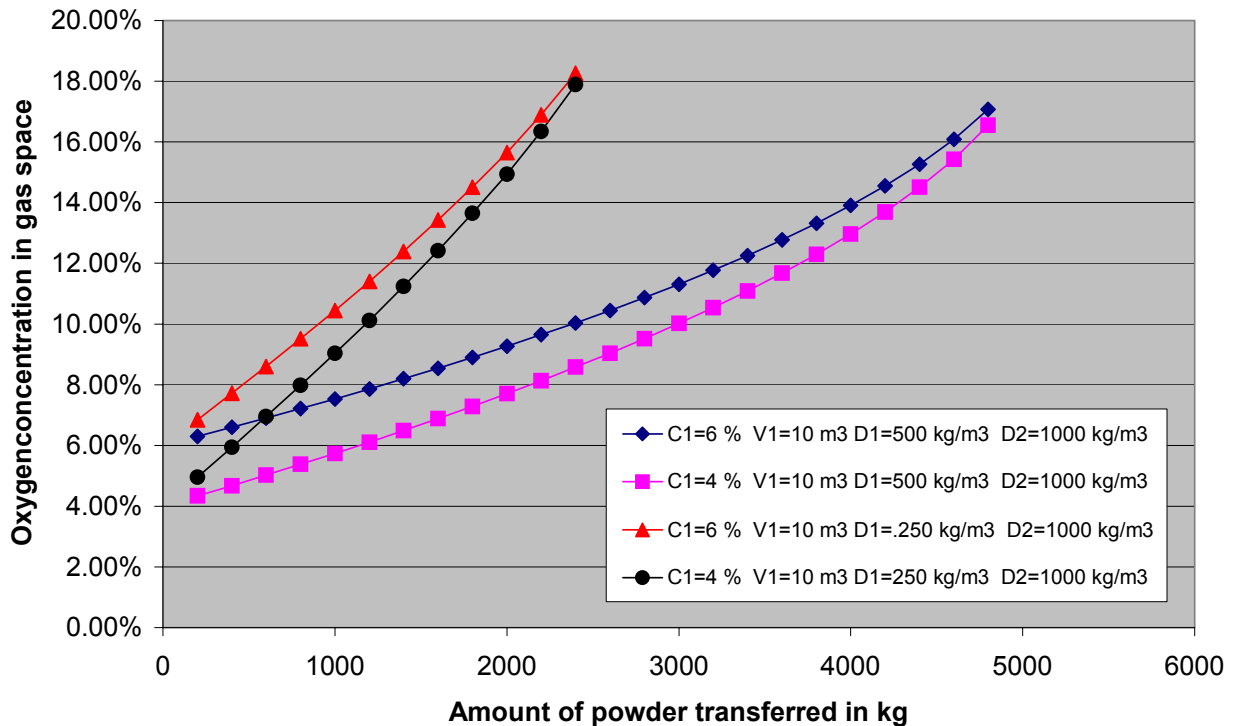


Abb. 5: Sauerstoffanreicherung während des Transfers von Pulver in einen vorinterisierten Behälter. C1: Sauerstoffkonzentration im Reaktor vor dem Transfer, V1: Volumen der Gasphase im Reaktor vor dem Transfer, D1: Schüttdichte des eingetragenen Pulvers, D2: Skelettdichte des eingetragenen Pulvers

## 5 Praktische Aspekte – Containment und Explosionsschutz

In der Pharmaindustrie muss zusätzlich zu den Sicherheitsaspekten in Bezug auf den Pulvereintrag in brennbare Atmosphären ebenfalls die Toxizität von Pulvern berücksichtigt werden. Die in den letzten Jahren ständig steigende Toxizität und Reaktivität von Produkten sowie die qualitativ immer anspruchsvolleren Produktionsstandards machen Containment Systeme zu einem unumgänglichen Faktor und lösen das manuelle Handling ab.

Einige wenige Versuche wurden durchgeführt, den Pulvereintrag durch das offene Mannloch zu umgehen. Die meisten Methoden zum Pulvereintrag nutzen die Schwerkraft, wenn auch mittels eines verbesserten Füllmechanismus wie in Abbildung 6 gezeigt. Fast alle diese Methoden basieren primär auf der Notwendigkeit, das Containment von Pulvern zu verbessern und lassen die Sicherheitsfragen bezüglich Explosionsrisiken außer Acht.

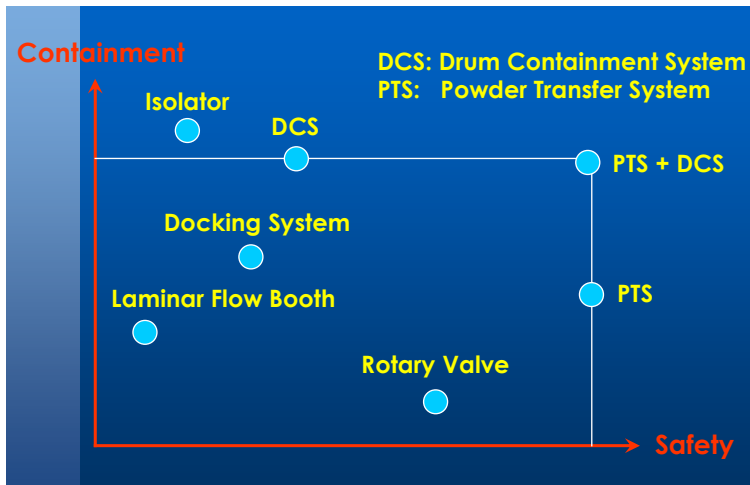


Abb.6: Verbesserte Mechanismen zum Befüllen mit Schwerkraft

Welche Technik anzuwenden ist, hängt von der Toxizität der Pulver, der zu befüllenden Menge und dem Typ des Verpackungsmaterials ab. Oft koexistieren verschiedene Techniken innerhalb einer Produktionseinheit. In den meisten Fällen wird das Pulver in einer höheren Ebene positioniert und fällt durch eine Rutsche in die Produktionsausrüstung (Trockner, Reaktor usw.), die sich auf einer unteren Ebene befindet. Die Ladezone kann z.B. durch eine Laminarströmungskabine abgegrenzt und die Fässer mittels eines Fasshubsystems entleert werden. In diesem speziellen Fall ist es notwendig, die Mitarbeiter mit Schutzanzügen und durch Gasmasken mit externer Atmungsluft zu schützen.

Eine weitere übliche Alternative besteht darin, Container zu verwenden, die mit speziellen automatischen Anschlussventilen (aktive und passive) ausgestattet sind, oder FIBCs (Flexible Intermediate Bulk Containers) mit einer speziellen Andockvorrichtung, mit der der zu befüllende Behälter nahezu luftdicht an- und abgekoppelt werden kann (siehe Abbildung 7). Dieses Verfahren ermöglicht die Handhabung großer Mengen von Pulver (>100 kg) und reduziert das manuelle Handling. Es erleichtert ebenfalls den Umgang mit einem Zwischenprodukt, das während verschiedener Produktionsphasen gelagert oder isoliert werden muss.

Beim Umgang mit sehr toxischen Produkten bietet sich nur eine einzige Lösung, nämlich eine Glove Box zu verwenden (siehe Abbildung 8). Diese bietet guten Schutz für den Bediener, das Produkt und die Umwelt.

Da Glove Boxes jedoch für spezifische Aufgaben konstruiert sind, gewähren sie kaum Flexibilität. Sie beanspruchen viel Platz und die Anschaffungskosten sind hoch.

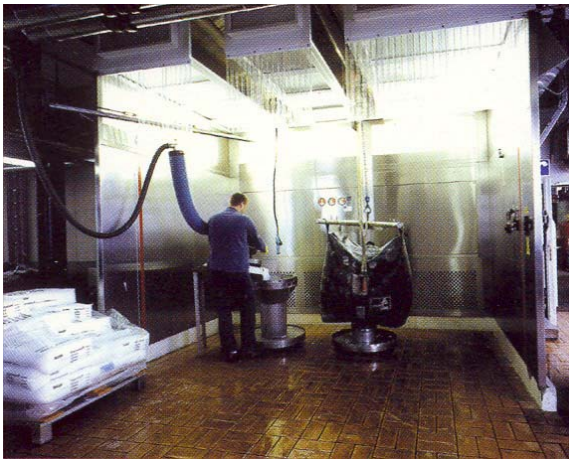


Abb. 7: Befüllung aus einem FIBC in der oberen Etage

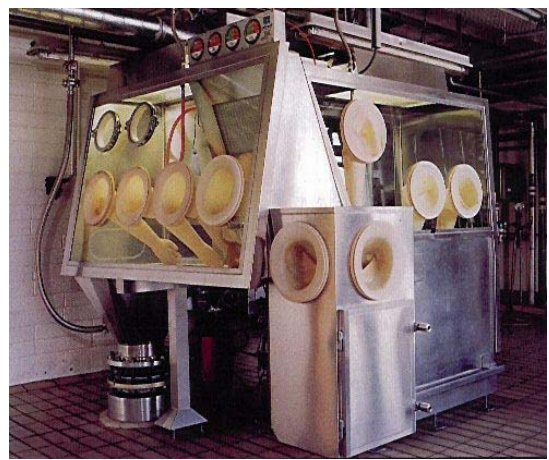


Abb. 8: Befüllung durch eine Glove Box

Mit all diesen Methoden wird Pulver mittels Schwerkraft in verschiedene Arten von Behältern gefüllt. Aufgrund des Raumbedarfs dieser Installationen ist es normalerweise nötig, einen separaten Raum in der oberen Etage nur für das Pulverhandling bereitzustellen. Der Verbindungsschlauch zwischen der Ladezone und der zu befüllenden Gebinde erweist sich oft als Problemquelle. Das bekannte Phänomen verstopfter (schwerfließendes Pulver) Rutschen tritt häufig bei der Handhabung von Pulvern mit schwerfließenden Eigenschaften auf oder wenn während des Befüllvorgangs viel Feuchtigkeit vorhanden ist. Weder Reinigung noch Validierung dieser Schläuche, die oft mehrere Meter lang sind, sind einfach.

Wie oben erläutert, können solche Systeme, die durch Schwerkraft befüllt werden, diverse Sicherheitsprobleme erzeugen. Es ist im Allgemeinen schwierig, diese Installationen zu inertisieren und es bleibt ein Risiko, Sauerstoff in die Behälter zu bringen, während diese mit Pulver befüllt werden. Der Stickstoffverbrauch ist normalerweise sehr hoch und kostspielig. Um diese Unzulänglichkeiten auszugleichen ist es häufig notwendig, aufwändige Armaturen zu integrieren, die die Zuverlässigkeit des Arbeitsprozesses mindern oder den Produktionsablauf modifizieren können, z.B. indem man einen leeren Reaktor ohne Lösungsmittel beschickt und dabei die Leistungsfähigkeit oder die Lebenserwartung einer Produktionseinrichtung gefährdet.

Es gibt mehrere Nachteile, einen leeren Reaktor, d.h. ohne das Vorhandensein eines Lösungsmittels, zu beschicken:

- das Risiko, die Dichtung der Austragshilfe oder die Austragshilfe selbst aufgrund großer Mengen von Feststoffen am Boden des Reaktors zu beschädigen.
- Schaden durch Abrieb an der Reaktorauskleidung durch Schleifwirkung des Pulvers.
- Lange Mischzeit und Probleme mit Produkthomogenisierung wegen Klumpenbildung.
- Hohe Statik verursacht durch trockenen Pulvereintrag.

Ein weiterer wichtiger Aspekt der ATEX-Normen ist die Abgrenzung der verschiedenen Zonen in einer Produktionseinheit. Die Wahl der Anlage und deren Anordnung kann beeinflussen, wie die Zonen eingeteilt werden und sie ermöglicht z.B. die Verkleinerung bestimmter Zonen, was wiederum direkte wirtschaftliche Vorteile bringt.

Die meisten Systeme für das Handling von Pulver sind so konstruiert, dass sie weder druck- noch explosions sicher sind. Dennoch können sie direkt an andere Systeme angeschlossen werden, die unter Druck stehen, eine explosionsfähige Atmosphäre enthalten und bei hohen Temperaturen betrieben werden. Da es keine physische Barriere zwischen den zwei Systemen während des Pulvereintrags gibt und eine direkte Kommunikation zwischen den Systemen erforderlich ist, besteht in diesen Fällen ein potentielles Risiko, dass sich in der Pulverhandlingzone eine explosionsfähige Atmosphäre ausbildet. Folglich muss die Pulverhandlingzone als Ex-Bereich eingestuft werden.

Wegen der zunehmend schwierigeren Wirtschaftslage stehen Pharma- und Chemieindustrien bei der Planung von Produktionsanlagen vielen Herausforderungen gegenüber. Produktionseinheiten müssen sehr flexibel bleiben um sich schnell den Veränderungen des Marktes anzupassen und die enorm strengen Standards zur Sicherheits- und Qualitätskontrolle einzuhalten. Die Betriebs- und Instandhaltungskosten sollten dabei so gering wie möglich sein.

Diese Industrien befinden sich in einer Zwickmühle. Um Ihre Produktivität zu steigern, müssen sie ihre Vorgehensweise ändern, Pulver in Reaktionsbehälter einzutragen, was jedoch in den meisten Fällen aufgrund der Konstruktion üblich verwendeter Systeme zum Pulverhandling nicht möglich ist.

Zum Beispiel wird Pulver vorzugsweise kontrolliert in einen Reaktor gefüllt, der bereits mit Lösungsmitteln beschickt wurde, um Abfüllzeit und Energieverbrauch zu drosseln. Dies geschieht - falls möglich - bereits bei einer Temperatur, bei der die Reaktion bereits eintritt. Der andere Vorteil, Pulver in eine Flüssigkeitsphase einzutragen, besteht darin, dass dadurch auch die Lebensdauer der Anlage erhöht wird und gleichzeitig die Instandhaltungsmaßnahmen gemindert werden. Wie bereits oben erklärt, sind die meisten Systeme, die auf Schwerkraft beruhen, nicht wirklich sicher und gestatten keinen solchen Einsatz. Deshalb müssen Hersteller entweder einen Verlust der Produktivität hinnehmen oder nicht vorhersehbare Risiken auf sich nehmen, um die Prozessabläufe zu verbessern. Um diese vielschichtigen Probleme zu bewältigen und den Anforderungen zur Sicherheit und von Verfahrenstechniken gerecht zu werden, muss das Befüllsystem in der Lage sein, das Verarbeitungssystem der Anlage während der Eintragsphase zu isolieren und das Pulver in geschlossener Weise zu transferieren.

Eine Technologie erfüllt diese Anforderungen. Die Lösung basiert auf dem Konzept, Pulver aktiv ohne Hilfe von Schwerkraft zu transferieren. Somit ist es möglich, das Pulverhandling (trocken und feucht) mit der Handhabung von Flüssigkeiten zu vergleichen. Der Kern dieses Konzeptes ist das PTS (Powder Transfer System, patentiert, siehe Abbildung 9), das zum Pulvereintrag eine Vakuum- und eine Druckquelle verwendet. Pulver kann aus fast jedem Behälter (Fass, Big Bag, Container, Verarbeitungssystem usw.) und über weite Entfernungen transferiert werden, was mehr Flexibilität bei der Planung von Produktionseinheiten zur Folge hat. Das Arbeitsprinzip des PTS ist genauso einfach wie wirksam. Pulver wird in die PTS Kammer durch Vakuum angesaugt. Eine flache Filtriermembrane, die im oberen Bereich des Systems installiert ist, stellt sicher, dass keine kleinen Produktpartikel in das Vakuum eindringen können. Sobald die Kammer gefüllt ist, wird der Zyklus umgedreht und das Pulver wird durch komprimiertes Gas in den zu befüllenden Behälter entleert. Gleichzeitig wird die Filtermembrane durch den Rückfluss des komprimierten Gases gereinigt und garantiert somit eine optimale Leistung.

Das PTS, konstruiert für Druck, wird direkt am zu befüllenden Behälter angebracht und kann diesen während der Eintragsphase isolieren. Einer der wichtigsten Vorteile dieser Technologie ist es, die Luft vom Pulver zu separieren und den Aufnahmebehälter inertisiert zu halten während man beim Pulvereintrag z.B. Stickstoff verwendet, um die PTS-Kammer zu entleeren. Dadurch ist es möglich, Pulver sicher in einen Reaktor zu füllen, der Lösungsmittel enthält oder unter Druck steht ohne Explosionen oder gefährliche undichte Gasstellen zu riskieren.



Abb. 9: PTS (Pulver Transfer System)

## 6 Zusammenfassung

Beim Eintrag von Pulvern in Reaktoren, Container oder Rührwerksbehälter, in welchen brennbare Lösungsmitteln vorgelegt sind, entstanden in der Vergangenheit viele Brände und Explosionen in den verschiedenen Industriezweigen [10]. Sogar bei Nichtvorhandensein brennbarer Gase oder Dämpfe können Transfer Operationen zu Bränden und Explosionen führen, insbesondere wenn zündempfindliche Pulver (niedrige MZE) involviert sind. Solche Operationen werden immer noch manuell durchgeführt. Folglich ist das Bedienungspersonal bei allfälligen Bränden oder Explosionen immer betroffen.

Gemäß dem neuesten Stand der Technik sollten solche Transfer Operationen heutzutage immer in einer so genannten geschlossenen Art und Weise in einen vorher inertisierten Reaktor oder Container durchgeführt werden. Es sollte darauf geachtet werden, dass der erforderliche niedrige Grad der Sauerstoffkonzentration während und



nach dem Transfer aufrechterhalten bleibt. Wie oben ausgeführt, ist die Sicherheit der meisten dieser Systeme, die beim Eintrag mit Schwerkraft arbeiten, weit davon entfernt vollkommen zu sein und hängt von den Pulvereigenschaften (Schüttdichte etc.) und Prozessbedingungen ab. Im schlimmsten Fall kann ein Prozess, der für eine spezifische Aktivität als sicher betrachtet wird, zum Risiko werden, wenn einer der Prozessparameter geändert wird. Es muss dann eine neue Risikobewertung durchgeführt werden. Da es nicht auf Schwerkraft beruht und die im Pulver enthaltene Luft eliminieren kann, ist das PTS besonders sicher und funktioniert unabhängig von den Prozessparametern und Pulvereigenschaften.

Angesichts der Flexibilität, die von einer Produktionsanlage erwartet wird, den Änderungen, die häufig vorgenommen werden und aufgrund des ständigen Drucks auf Hersteller, die Verfahrenstechniken kontinuierlich zu optimieren, ist es wichtig sich für Füllanlagen zu entscheiden, die jederzeit volle Sicherheit garantieren unabhängig von Prozessparametern und Pulvereigenschaften.

## **7 Referenzen**

- [1] Richtlinie 94/9/EG des Europäischen Parlaments und des Rats vom 23. März 1994 zur Angleichung der Gesetze der Mitgliedsstaaten in Bezug auf Ausrüstung und Schutzsysteme für den beabsichtigten Einsatz in potentiell explosionsfähigen Atmosphären. Auch bekannt als ATEX 95.
- [2] Richtlinie 1999/92/EU des Europäischen Parlaments und des Rats vom 16. Dezember 1999 über die Mindestanforderungen zur Verbesserung der Sicherheit und des Gesundheitsschutzes von Mitarbeitern, die den Risiken einer explosionsfähigen Atmosphäre ausgesetzt sind (15. Einzelanweisung im Rahmen des Artikels 16(1) der Richtlinie 89/391/EWG). Auch bekannt als ATEX 137
- [3] W. Bartknecht, Explosionsschutz, Grundlagen und Anwendung, Springer Verlag Berlin, Heidelberg, New York, 1993
- [4] BGR 132: "Avoidance of Ignition Hazards due to Static Electricity", Hauptverband der gewerblichen Berufsgenossenschaften, Fachausschuss ChemIE der BGZ, März 2003.

- [5] Technischer Bericht CLC/TR 50404, "Electrostatics - Code of Practice for the Avoidance of Hazards due to Static Electricity", Juni 2003.
- [6] M. Glor, Journal zur Verlustprävention in den Prozessindustrien 14 (2001), 123 - 128.
- [7] M. Glor, Bericht über das 11. Symposium Verlustprävention 2004, Prag, Kongresszentrum 31. Mai - 3. Juni 2004, (2004), 2233-2241.
- [8] ESCIS (Expert Commission for Safety in the Swiss Chemical Industry/Expertenkommission für Sicherheit in der Schweizerischen Chemieindustrie), Broschüre 8, 1993 Inertisierungs-Methoden und Maßnahmen zur Vermeidung von zündenden Stoff/Luftgemischen in chemischen Produktionsausrüstungen und Anlagen.
- [9] T. Hoppe und N. Jaeger, Bericht über das 39. Symposium Verlustprävention des American Institute of Chemical Engineers, 10. - 14. April, 2005, Atlanta, GA
- [10] T. Fishwick, Verlustprävention Bulletin, 171 (2003) 7.