

Martin Christ Gefriertrocknungsanlagen

Jens Dieckmann, Osterode

zum Autor

Dipl.-Ing.
Jens Dieckmann,
 Entwicklung
 Kältetechnik,
 Martin Christ
 Gefriertrocknungs-
 anlagen GmbH,
 Osterode am Harz.



Die Firma Martin Christ GmbH mit ca. 50 Mitarbeitern in Osterode/Harz ist seit mehr als 50 Jahren weltweit ein führender Anbieter von Anlagen zur Gefriertrocknung. Ein vollständiges Programm an Labor-, Pilot- und Produktionsanlagen deckt jeden Einzelfall ab. Christ Gefriertrocknungsanlagen werden hauptsächlich in der Pharma- und Kosmetikindustrie eingesetzt, aber auch in der Medizin, zur Lebensmittelkonservierung, zur Herstellung von Spezialkeramiken und auf vielen weiteren Gebieten können diese Anlagen genutzt werden.

Das langjährige Know-how in der Konstruktion und Fertigung von Gefriertrocknungsanlagen läßt anwendungsbezogene Lösungen zu, die vollständig auf die Belange der Bedarfsträger zugeschnitten sind. Es lassen sich unterschiedlichste Konzepte hinsichtlich Kältetechnik, Vakuumtechnik und Steuerungstechnik realisieren. Alle Anlagen von CHRIST erfüllen höchste Anforderungen an zu verwendende Materialien und Funktionssicherheit und sind auch für zukünftig weitergehende Anwendungen ausbaufähig.

Die unter Vakuum bei der Trocknung ausgetriebene Feuchtigkeit wird an dem sehr kalten Eiskondensator angefroren, wobei der Eiskondensator auch als Dampfpumpe bezeichnet werden kann. Daraus ergibt sich, daß die Vakuumpumpe nur die Aufgabe hat, die Luft aus der Trocknungskammer zu entfernen, nicht aber den ausgetriebenen Dampf abzupumpen (= Gaspumpe). Um den Sublimationsprozeß in Gang zu setzen, muß dem Produkt Energie zugeführt werden. Dies erfolgt je nach Trocknungsart durch Wärmestrahlung aus



Die CHRIST-Produktionsstätte in Osterode am Harz

Gefriertrocknung

Die Gefriertrocknung ist die produkt Schonendste Methode, Materialien zu trocknen. Bei der Gefriertrocknung wird das physikalische Phänomen der Sublimation ausgenutzt, d. h. der direkte Übergang vom festen in den gasförmigen Zustand. Zum Trocknen wird das gefrorene Produkt in die Vakuumkammer eingebracht.

der Umgebung oder durch Wärmeleitung bei temperierbaren Stellflächen direkt durch die Stellflächen. Man unterteilt den Gefriertrocknungsprozeß in drei Trocknungsphasen.

Gefrieren

Das Produkt wird unter Atmosphärendruck eingefroren. Dies kann z. B. über die wärmeträgerdurchflossenen temperierbaren Stellflächen der Gefriertrocknungsanlage erfolgen.

Haupttrocknen

Durch Sublimation wird das „freie Wasser“ aus dem Produkt entfernt und am Eiskondensator angefroren. Hierzu wird der Kammerdruck unterhalb des Tripelpunktes abgesenkt, wobei das Trocknungsvakuum vom „Gefrierpunkt“ des Produktes abhängt. Die Festlegung des Trocknungsvakuums erfolgt mit Hilfe der Dampfdruckkurve über Eis. Die benötigte Sublimationsenergie wird dem Produkt durch geregeltes Erwärmen der Stellflächen zugeführt.

Nachtrocknen

Ist dem Produkt das „freie Wasser“ vollständig entzogen, kann durch Desorption über ein sehr tiefes Vakuum auch noch das kristallin gebundene Wasser entzogen werden. Das Vakuum kann in dieser Phase bis zu 1×10^{-3} mbar betragen.

Aufbau einer Gefriertrocknungsanlage

Als Hauptkomponenten einer Gefriertrocknungsanlage sind zu nennen:

- Die Trocknungskammer aus Edelstahl mit wärmeträgertemperierten Stellflächen.
- Die Eiskondensatorkammer mit Eiskondensator (sehr kalte Oberfläche zum Anfrieren der aus dem Produkt entweichenden Feuchtigkeit). Befindet sich der Eiskondensator in einer separaten Kammer, spricht man von einem Zweikammerverfahren. Sind die Stellflächen und der Eiskondensator in der Trocknungskammer angeordnet, so wird vom Einkammerverfahren gesprochen.
- Die Vakuumpumpen. Mit Hilfe der Vakuumpumpen werden die nichtkondensierbaren Gase aus der Kammer (den Kammern) abgesaugt.
- Die Kälteanlage. In der Phase „Gefrieren“ werden die Stellflächen über ein spezielles Wärmeträgersystem (indirekte Kühlung) gekühlt, während der Trocknungsphasen dient dieselbe Kälteanlage zur direkten Kühlung des Eiskondensators. (siehe Funktionsschemen Abb. 1 bis Abb. 4).

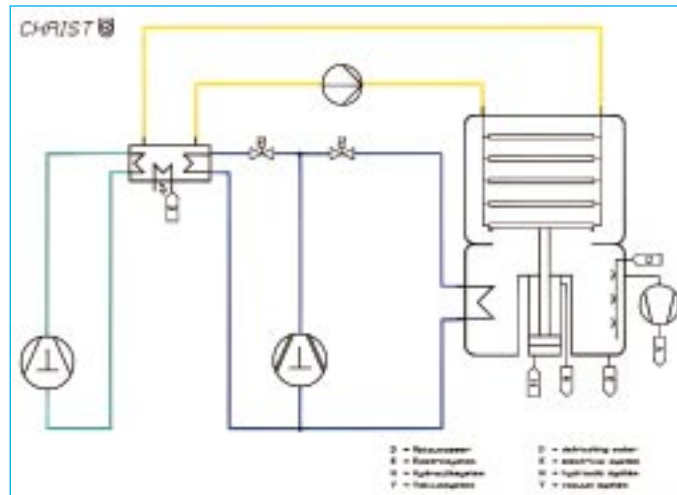


Abb. 1 Systemkreislauf einer 1-Kammer-Anlage

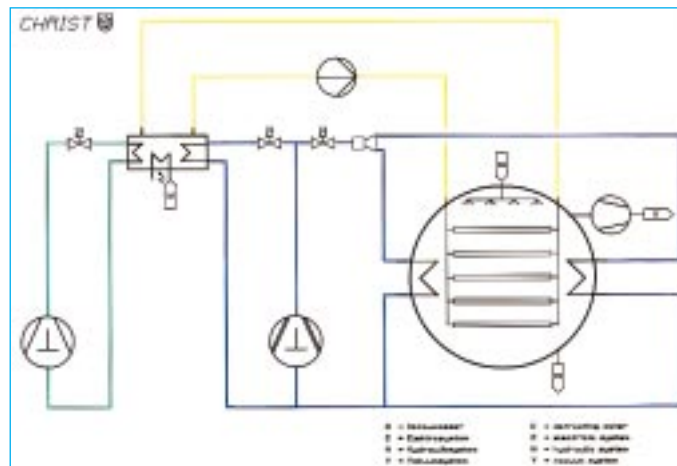


Abb. 2 Systemkreislauf einer 2-Kammer-Anlage

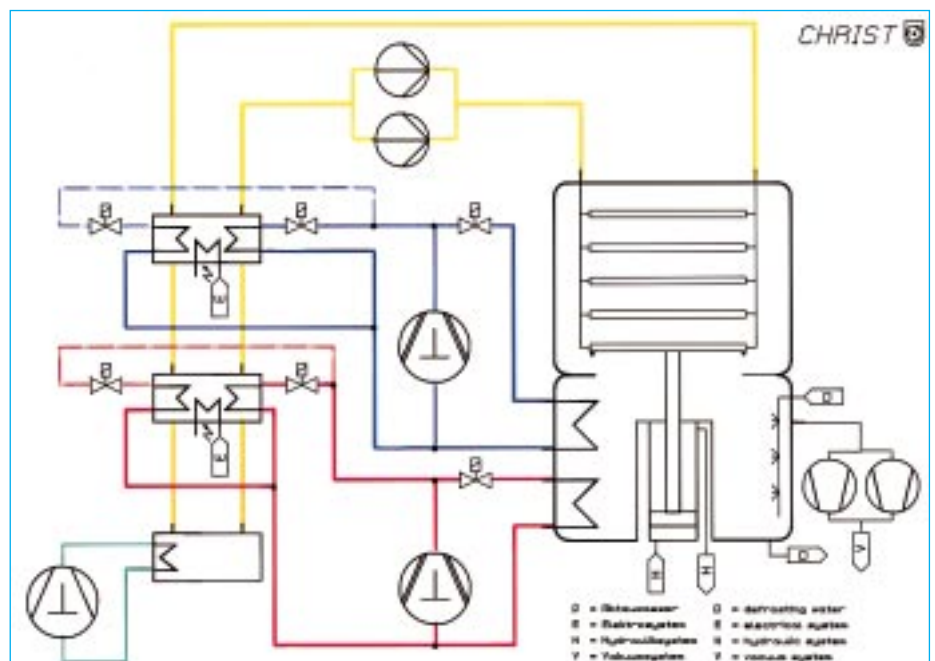


Abb. 3 Systemkreislauf einer 2-Kammer-Anlage mit zwei 2stufigen und einem 1stufigen Kältemittelkreislauf

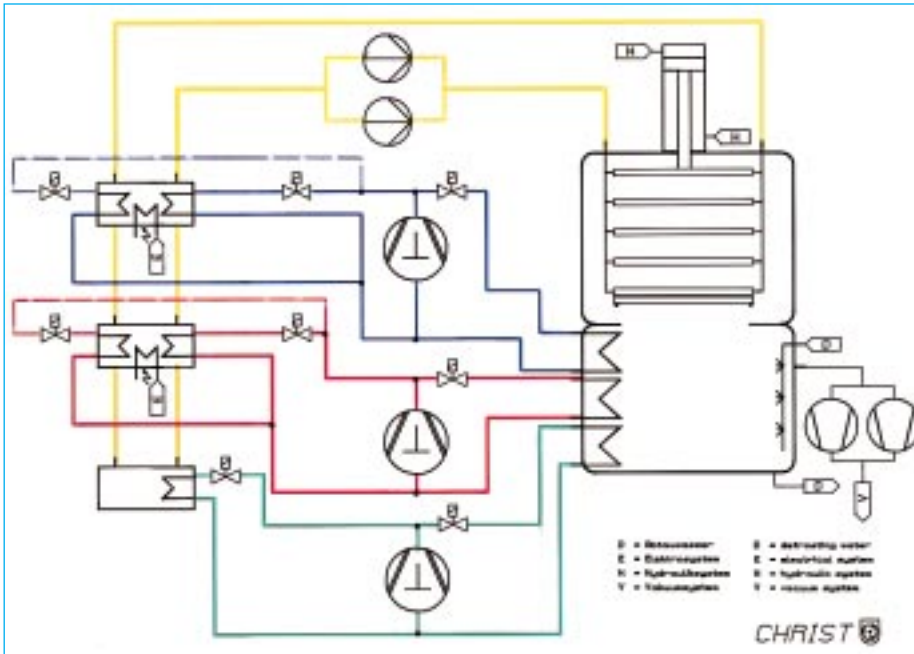


Abb. 4 Systemkreislauf einer 2-Kammer-Anlage mit drei 2stufigen Kältemittelkreisläufen

Einteilung der Gefriertrocknungsanlagen

Die Gefriertrocknungsanlagen werden grob in Laboranlagen, Pilotanlagen bzw. Produktionsanlagen eingeteilt.

Laboranlagen

Je nach Auswahl der Anlagen Komponenten lassen sich in Laboranlagen – das sind Auftischgeräte – medizinische oder pharmazeutische Produkte trocknen. Es wird hierbei zwischen den Verfahren A, B und C unterschieden. Laboranlagen sind meist mit luftgekühlten Kälteaggregaten ausgerüstet und dadurch sehr standortvariabel. Die Eiskondensatorkapazität dieses Anlagentyps variiert zwischen 2 kg und 24 kg Eis.

Verfahren A: Trocknen innerhalb der Eiskondensatorkammer auf Stellflächen. Durch den Einsatz eines Umluftventilators läßt sich das Produkt innerhalb der Anlage einfrieren. Hierbei handelt es sich um das sogenannte „Einkammersystem“.

Verfahren B: Trocknen in separater Trocknungskammer auf elektrisch beheizten Stellflächen bzw. in Rundkolben etc. Das Einfrieren des Produktes erfolgt außerhalb der Anlage. Bei diesem Verfahren handelt es sich um das sogenannte „Zweikammersystem“.

Verfahren C: Einfrieren und Trocknen erfolgt in separater Trocknungskammer auf soletemperierten Stellflächen. Dieses Verfahren läßt sich nur bei Anlagen mit integriertem Kühlbad oder mit beigeistelltem Kühlbad realisieren.

Pilotanlagen

Pilotanlagen sind kleine Produktionsanlagen mit einer Eiskondensatorkapazität zwischen 8 kg und 12 kg Eis, in denen im Labormaßstab unter Produktionsbedingungen getrocknet wird. Diese Anlagen sind mit luftgekühlten bzw. wassergekühlten Kälteaggregaten ausgerüstet. Das Einfrieren und Trocknen erfolgt auf soletemperierten Stellflächen in einer separaten Trocknungskammer nach dem Zweikammersystem.

Produktionsanlagen

Produktionsanlagen haben Eiskondensatorkapazitäten zwischen 20 kg und 300 kg Eis und sind ausschließlich mit wassergekühlten Kälteaggregaten ausgerüstet. Sie haben soletemporierte Stellflächen und arbeiten nach dem Ein- bzw. Zweikammersystem.

Einkammersystem: Der Eiskondensator ist in der Trocknungskammer integriert, wodurch sich der Weg zwischen Trocknungsgut und Eiskondensator stark ver-

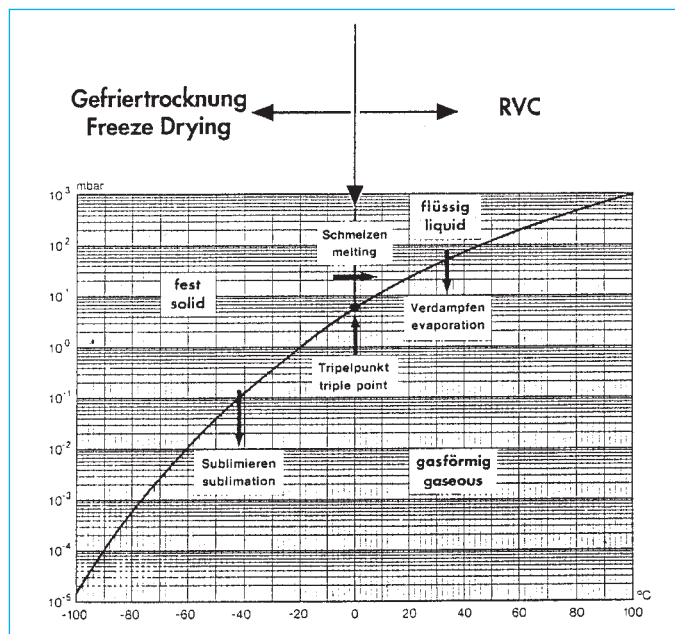


Abb. 5 Darstellung des Sublimationsprinzips anhand der Dampfcurve für Eis und Wasser

kürzt und dadurch der Druckverlust innerhalb der Kammer annähernd null wird. Allerdings sind Wärmeeinflüsse auf das Produkt durch die Nähe des Eiskondensators nicht ganz auszuschließen.

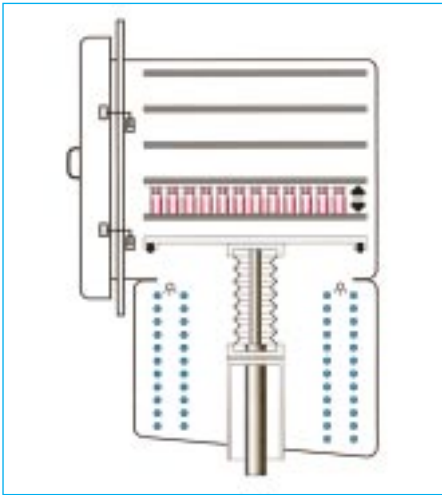


Abb. 6 Trocknungs- und Eiskondensatorkammer EPSILON 2-160 DS. Zweikammersystem. Bei dem von CHRIST entwickelten Anlagenkonzept ist der Eiskondensator direkt unter der Trocknungskammer angeordnet. Siehe auch Prinzip-Schema der patentierten Bauweise

Zweikammersystem: Der Eiskondensator befindet sich in einer separaten Eiskondensatorkammer, wodurch die Beeinflussung des Produkts durch den Eiskondensator ausgeschlossen ist. Durch eine große Öffnung zwischen den Kammern wird der Druckverlust minimal gehalten. Mit Hilfe

eines Zwischenventils zwischen Trocknungs- und Eiskondensatorkammer läßt sich das Trocknungsende durch Druckanstiegsmessung bestimmen.

Sublimation

Es soll das Prinzip der Sublimation kurz anhand der Zustandkurve von Wasser erklärt werden. Denn bei der Gefrier-trocknung handelt es sich hauptsächlich um wäßrige Lösungen (siehe Abbildung Dampfdruckkurve).

Ist der Druck höher als 6,1 mbar, durchläuft das Wasser alle drei Zustände (fest, flüssig, gasförmig) bei der Temperaturerhöhung bzw. Erniedrigung. Bei 6,1 mbar treffen Schmelzdruckkurve, Dampfdruckkurve und Sublimationsdruckkurve in

einander. Die Stellflächentemperierung erfolgt mit Tieftemperaturwärmeträgerflüssigkeiten, die einen Regelbereich der Stellflächentemperatur zwischen $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $+100\text{ }^{\circ}\text{C}$ zulassen.

Die Firma CHRIST realisiert die vom Kunden benötigten Anlagenparameter auf unterschiedlichste Weise.

Laborgeräte

Auf dem Gebiet der Kleinanlagen (Laborgeräte) werden folgende Systeme realisiert:

- Einstufige Systeme mit hermetischen Verdichtern für Eiskondensatortemperaturen bis zu $-55\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- Zweistufige Kaskadensysteme mit hermetischen Verdichtern für Eiskondensatortemperaturen bis $-85\text{ }^{\circ}\text{C}$ bzw. $-105\text{ }^{\circ}\text{C}$.



Abb. 7 Vergleich der Kälteleistung von ISCEON 89 mit R 13B1 (100 %) und R 502

an einem Punkt, dem Triplepunkt, zusammen. In diesem Punkt treten alle drei Zustände nebeneinander (gleichzeitig) auf. Unterhalb dieses Punktes, d. h. das Vakuum ist kleiner als 6,1 mbar, geht das Wasser bei Erreichen der Sublimationsdruckkurve (Dampfdruckkurve über Eis) direkt vom festen in den gasförmigen Zustand über.

Kälteerzeugung

Da das erreichbare Trocknungsvakuum direkt von der Temperatur des Eiskondensators abhängt, werden je nach Produkteigenschaften Eiskondensatortemperaturen zwischen $-55\text{ }^{\circ}\text{C}$ und bis zu $-110\text{ }^{\circ}\text{C}$ er-

reicht. In Zusammenarbeit mit der Westfalen AG konnte CHRIST seine Kaskadenanlagen erfolgreich von R 503 auf das FCKW-freie Kältemittel R 508A (KLEA 508, bestehend aus 39 % R 23 und 61 % R 116) umstellen. Auch die Umrüstung von Altanlagen auf FCKW-freie Kältemittel ist mit Hilfe von R 508A problemlos möglich. Sogar auf einen Ölwechsel kann nach Erfahrungen von CHRIST verzichtet werden.

Produktionsanlagen

Bei Produktionsanlagen setzt CHRIST wassergekühlte Kälteanlagen mit zweistufigen semihhermetischen Hubkolbenverdichtern ein. Die Kälteanlagen bestehen aus zwei bis maximal vier unabhängig arbeitenden Kältesystemen. In der Regel wird bei diesen Anlagen das Kältemittel ISCEON 89 (86 % R 125, 9 % R 218, 5 % R 290) eingesetzt. Hiermit werden Eiskondensa-

Anlagentyp	EPSILON 2-220DS (dampfsterilisierbar)	EPSILON 2-220DS spezial (dampfsterilisierbar)
Eiskondensatorkapazität	120 kg/24 h, max. 220 kg	120 kg/24 h, max. 220 kg
<ul style="list-style-type: none"> ● Stellflächenanzahl ● Aufstellfläche ● Wärmeträgerflüssigkeit 	<ul style="list-style-type: none"> ● 10 Stück ● 14,7 m² ● Silikonöl 	<ul style="list-style-type: none"> ● 9 Stück ● 13,3 m² ● Silikonöl
<ul style="list-style-type: none"> ● Antriebsleistung Kältesys. ● Kältemittel 	<ul style="list-style-type: none"> ● 3 × 18,5 kW ● Isceon 89 	<ul style="list-style-type: none"> ● 3 × 18,5 kW ● Isceon 89
<ul style="list-style-type: none"> ● Eiskondensatortemp. ● Stellflächentemperatur 	<ul style="list-style-type: none"> ● -80 °C ● -60 °C bis +80 °C 	<ul style="list-style-type: none"> ● -80 °C ● -60 °C bis +80 °C
<ul style="list-style-type: none"> ● Vakuumpumpen ● Endvakuum 	<ul style="list-style-type: none"> ● 2 Stück, 65 m³/h ● 1 × 10⁻³ mbar 	<ul style="list-style-type: none"> ● 2 Stück, 65 m³/h ● 1 × 10⁻³ mbar
Kühlung der Trocknungskammer nach der Dampfsterilisation	Kühlung von Stellflächen und Eiskondensator, keine direkte Kühlung der Kammerwände	Kühlung von Stellflächen und Eiskondensator, direkte Kühlung der Kammerwände über Wärmeträgersystem
Hydraulik zum Verschließen der Trocknungsfläschchen nach der Gefriertrocknung	Hydraulik von unten, Stellflächenabstände variabel, von 1 bis 10 nutzbaren Stellflächen	Hydraulik von oben, Verdoppelung der Stellflächenabstände möglich
Besonderheiten:	<ul style="list-style-type: none"> ● Reinigung der Kammer durch Kondensatwaschung 	<ul style="list-style-type: none"> ● gleichbleibende Beladehöhe ● kleine Beladetür, Ausführung als Schiebetür (Pizzatür) ● Reinigung der Kammer durch Kondensatwaschung ● CIP (Clean In Place)

Tabelle 1 Informationen über zwei größere Gefriertrocknungsanlagen (Produktionsanlagen) nach dem Zweikammersystem, die im Monat September an zwei Hersteller von Impfstoffen in der Stadt Dessau ausgeliefert wurden

tortemperaturen von bis zu -85 °C und Stellflächentemperaturen von bis zu -62 °C erreicht.

Werden von Anwendern der Gefriertrocknungsanlagen tiefere Prozeßtemperaturen benötigt, besteht die Möglichkeit, eine „Flüssig-Stickstoff“ Kälteanlage einzusetzen. Das „Flüssig-Stickstoff“-System kann als Zusatzkältesystem parallel zu den herkömmlichen Systemen eingesetzt werden, aber auch der ausschließliche Einsatz einer „Flüssig-Stickstoff“-Kälteanlage ist möglich. Die Firma CHRIST spezifiziert bei „Flüssig-Stickstoff“-Kältesystemen Eiskondensatortemperaturen von unter -110 °C und Stellflächentemperaturen von -80 °C.



Abb. 8 CHRIST-Zweikammersystem Typ EPSILON 220DS spezial (siehe Tab. 1) mit separater Kältemaschineneinheit in Blockbauweise kurz vor der Fertigstellung und Auslieferung. Eiskondensatorkapazität 120 kg bis 220 kg/24 h

Bei Gefriertrocknungsanlagen von großer Leistung können an Stelle der Hubkolbenverdichter auch zweistufige Schraubenverdichtersysteme eingesetzt werden. Zum Zeitpunkt des Abfassens dieses Aufsatzes befanden sich zwei größere Gefriertrocknungsanlagen (siehe Abbildungen) in der Werkhalle kurz vor der Fertigstellung und Auslieferung an zwei Hersteller von Impfstoffen in der Stadt Dessau. Hierbei handelt es sich um Produktionsanlagen nach dem Zweikammersystem der Typenreihe EPSILON 2-220 DS und EPSILON 220 DS spezial, jeweils mit einer Eiskondensatorkapazität von 120 kg/24 h bis zu 220 kg/24 h versehen. Der Unterschied zwischen beiden Anlagenausführungen besteht u. a. darin, daß bei der Ausführung „spezial“ die Kältesysteme auf einem gesonderten Maschinensatz-Gestell montiert sind, während bei der Standardausrüstung Maschinensatz und Gefriertrocknungskammern eine gemeinsame konstruktive Einheit bilden. Mehr Informationen über diese Produktionsanlagen, die einen Auftragswert von ca. 1 Mio. DM bzw. 1,5 Mio. DM darstellen, können Tabelle 1 entnommen werden.

Bei der Umrüstung von Altanlagen auf FCKW-freie Kältemittel konnte die Firma CHRIST in den letzten Jahren umfangreiche Erfahrungen sammeln. Wie schon beim Retrofit mit dem H-FCKW Kältemit-

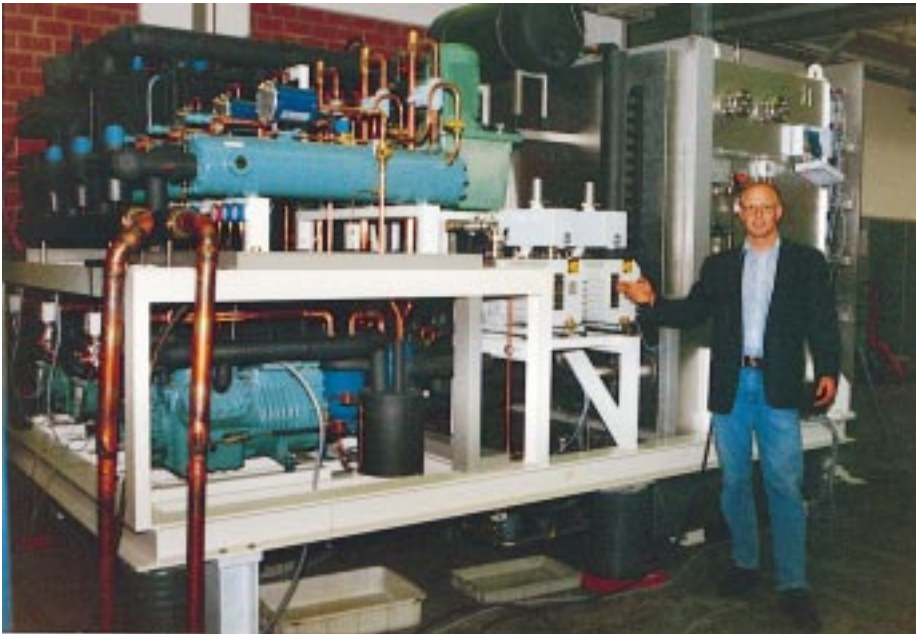


Abb. 9 CHRIST Gefrier Trocknungsanlage Typ EPSILON 220 DS (siehe Tab. 1). Eiskondensator-kapazität 120 kg bis 220 kg/24 h. Entwicklungsingenieur Jens Dieckmann: „Das wichtigste bei der Gefrier Trocknung ist der Vakuumpumpensatz, mit dem man ein Endvakuum von 1×10^{-3} mbar erzeugen kann.“

tel R 403B (ISCEON 69L) kann auch bei ISCEON 89 auf einen Ölwechsel verzichtet werden. Lediglich die Einspritzventile und die Filtertrockner müssen auf das neue Kältemittel abgestimmt werden.

Allgemeine technische Informationen

Die Leistung einer Gefrier Trocknungsanlage wird in der Regel nach der Eisaufnahmekapazität des Eiskondensator und der Aufstellfläche der Stellflächen spezifiziert.

Bandbreite der CHRIST Produktions-Gefrier Trocknungsanlagen:

Antriebsleistung der Kältesysteme:
von 1×4 KW zweistufig und $1 \times 1,1$ KW einstufig bis zu $4 \times 18,5$ KW zweistufig.
Aufstellfläche der Stellflächen:
von $0,1 \text{ m}^2$ bis zu 30 m^2 .

Eiskapazität:
von 6 kg Eis/24 h, max. 8 kg, bis zu 240 kg Eis/24 h, max. 300 kg.

Funktionsbeschreibung der Kälteanlage

In der Einfrierphase arbeiten alle Kältesysteme auf den Wärmetauscher des Wärmeträgersystems. Die mit Hilfe einer Umwälzpumpe zirkulierende Wärmeträ-



gerflüssigkeit kühlt die Stellflächen (siehe Funktionsschemen Abb. 1 bis Abb. 4).

In den Trocknungsphasen sind die zweistufigen Kältesysteme auf Eiskondensator Kühlung umgeschaltet, das einstufige System dient im Zusammenspiel mit der elektrischen Heizung zur exakten Regelung der Stellflächentemperatur. Bei größeren Anlagen werden keine einstufigen Kompressoren zur Stellflächentemperaturregelung verwendet, hier wird die so genannte „Regelkühlung“ eingesetzt. Bei der Regelkühlung wird Kältemittel über separate Einspritzventile auf Zwischendruck expandiert und in den Wärmetauscher des Wärmeträgersystems eingespritzt. Die Regelung der Stellflächentemperatur erfolgt wiederum im Zusammenspiel mit der elektrischen Heizung.

Historie des Kältemittel-einsatzes bei der Firma CHRIST

Bevor die Diskussion über die Umweltverträglichkeit von FCKW-Kältemitteln einsetzte, nutzte die Firma CHRIST, wie



Abb. 10 Hydraulik von oben. Hierdurch ist eine Verdoppelung der Stellflächenabstände (9 Stück) möglich. Die Beschickung erfolgt 1etagig durch die sogenannte „Pizzatür“, siehe rechte Abbildung und Tabelle 1

viele andere Firmen auch, die Kältemittel R 13B1, R 502, R 503. Frühzeitig machte man sich bei CHRIST allerdings auf die Suche nach FCKW-freien Alternativen. Aufgrund der speziellen Anforderungen der Kunden kommt der Einsatz von Kohlenwasserstoffen als Kältemittel nicht in Frage, so daß CHRIST auch weiterhin auf Sicherheitskältemittel angewiesen ist.

Für den Bereich der Produktionsanlagen wurden die verantwortlichen Ingenieure bei CHRIST während der IKK 92 auf das Übergangskältemittel ISCEON 69L (R 403B) aufmerksam. Dieses Kältemittel erwies sich als akzeptable Alternative für R 13B1 und R 502, vor allem, weil weiter-



Abb. 11 Gefriertrocknung, geeignet für Sonderanwendungen. Dieckmann: „Für Anwendungen in der Pharmazie, wo es auf absolute Sterilität ankommt, ist der Steril-Belüftungsfilter eine sehr wichtige Komponente der Anlage!“

hin Mineralöl als Kältemaschinenöl einsetzbar ist. Auch hinsichtlich der Kälteleistung und den bei der Gefriertrocknung benötigten tiefen Verdampfungstemperaturen war R 403B eine brauchbare Alternative.

Schon während der Entwicklungsphase des Kältemittels RX 4 bei Rhone Poulenc, jetziger Name ISCEON 89, wurden CHRIST-Proben zu Testzwecken zur Verfügung gestellt. Daher konnten die Produktionsanlagen sehr frühzeitig auf ein FCKW- und H-FCKW-freies Kältemittel um-

stellen. Das auch zur Auswahl stehende Kältemittel R 404A hat gegenüber ISCEON 89 gewisse Nachteile. Da bei der Gefriertrocknung besonders tiefe Verdampfungstemperaturen benötigt werden, bereitet der relativ niedrige Siededruck des Kältemittels R 404A Probleme.

Auch die Umstellung von Altanlagen auf FCKW-freie Kältemittel ist mit ISCEON 89 möglich. Aufgrund der Mineralöllöslichkeit dieses Kältemittels kann bei der Umstellung von CHRIST-Anlagen auf einen aufwendigen Austausch des Mineralöls verzichtet werden.

Bei den Laboranlagen erwies sich jedoch der Ersatz von R 503 als schwierig. Die Versuche mit R 23 verliefen nicht zufriedenstellend. Das Zumischen von Kohlenwasserstoffen verbesserte zwar den Öltransport durch das Kältesystem, aber bei der Kälteleistung und bei den Verdampfungstemperaturen traten nicht akzeptable Verluste gegenüber R 503 auf. Außerdem wurde die Servicefreundlichkeit der Anlagen durch diese Maßnahme reduziert.

Durch den engen Kontakt der Firma CHRIST zu Herstellern von Tieftemperaturlagern, darunter auch die Firma SANYO, hatte man von dem ICI-Kältemittel TP5R3 erfahren. Dieses Kältemittel ist heute unter dem Namen R 508A bekannt. Durch die Bemühungen der Westfalen AG für CHRIST war es den Herstellern von Gefriertrocknungsanlagen in Osterode daher frühzeitig möglich, eine brauchbare Alternative für das Kältemittel R 503 zu finden. Bei R 503 war man auf Spezialöle, wie beispielsweise Fluilil, angewiesen. Dies bedeutete einen zusätzlichen Arbeitsaufwand für den nötigen Ölwechsel bei den Verdichtern. Durch die neuen Esteröle kann jedoch beim Einsatz von R 508A auf Spezialöle verzichtet werden. Durch die Löslichkeit des Öls im Kältemittel entfällt außerdem das Beimischen von Kohlenwasserstoffen, die Servicefreundlichkeit ist somit wie bei R 503 gegeben. □