

Sicherheitsanalyse einer Reaktionsschwingmühle

Bönig, S.; Grünendick, T.

Während der Prototypenentwicklung bieten systematische Methoden zum Identifizieren von Gefahrenquellen sowohl Möglichkeiten zur Störfallvorsorge als auch zur Prozessoptimierung durch Ergänzung sicherheitsbetreffender Anforderungen. Am Beispiel einer Reaktionsschwingmühle werden diese Zusammenhänge nachfolgend dargestellt.

The use of safety analysis methods in prototype design helps to prevent hazards as well as to optimize the process adding safety relevant requirements. These relations are shown for a reaction-swing-mill.

1 Einleitung

Das Ziel einer systematisch durchgeführten sicherheitsanalytischen Betrachtung der Reaktionsschwingmühle ist es, die zum jetzigen Entwicklungszeitpunkt erkennbaren kritische Punkte aufzudecken und zu beseitigen.

Aufgrund des innovativen Verfahrens des „reaktiven Rohr-Schwing-Mahlens“ liegen bislang nur wenige Erkenntnisse (ausgenommen der Laborversuche, der Untersuchung des Eigenfrequenzverhaltens der Schwingmühle, FEM-Berechnungen) hinsichtlich Betriebsverhalten, Werkstoffverhalten und Störanfälligkeit der Reaktionsmühle, insbesondere im Zusammenwirken mit den angrenzenden Anlagenkomponenten, dem Stoffverhalten sowie unter der geplanten Verfahrensweise (zunächst diskontinuierlich, später kontinuierlich) vor. Durch das vom Kunden geforderte Endprodukt (Trichlorsilan) sind auch Art und Menge der Einsatzstoffe festgelegt; nicht alle Prozessparameter, Hilfsstoffe und insbesondere Komponenten zur Nachbereitung der Reaktionsprodukte sind aber bis jetzt im Detail bekannt und können erst z.T. während des Betriebes optimiert werden. Ein iteratives Vorgehen ist sowohl bei der Durchführung der Entwicklungsarbeiten als auch der Sicherheitsanalyse demzufolge hier unerlässlich.

Zum Aufdecken potentieller Störungen soll die KOMB-Analyse zum Einsatz kommen, die durch Anwendung sicherheitstechnischer Lösungskatalo-

ge auf unterschiedlichen Abstraktionsebenen wenn möglich unterstützt werden soll.

Um auch während der zukünftigen Entwicklungsarbeiten bis hin zum Betrieb der Reaktionsmühle noch über Kenntnisse hinsichtlich potentieller Störungsquellen aber auch sicherheitsrelevanter Komponenten zu verfügen, sollen diese strukturiert sowohl in den Entwicklungsunterlagen (Anforderungslisten) als auch schließlich aufbereitet in den Betriebsanweisungen dokumentiert werden. Letztere können beispielsweise konkrete Verhaltensmaßnahmen (oder auch Verbote) bei Abweichungen des bestimmungsgemäßen Betriebes der Anlage beinhalten.

Aufgrund der für dieses Verfahren erforderlichen Arbeitsstoffe (Gefahrstoffe) und des benötigten hohen mechanischen Energieeintrages können Abweichungen vom bestimmungsgemäßen Betrieb der zu entwickelnden verfahrenstechnischen Maschine nicht nur zu Funktionsstörungen oder einer Reduzierung der Produktqualität bzw. -quantität führen. Die Zerstörung der Maschine, unerwünschte chemische Reaktionen und die daraus resultierenden Störfälle mit:

- unerwünschten erhebliche Stofffreisetzungen und / oder
- (Folge-) Brand bzw.
- Explosion

sind ebenfalls unter bestimmten Umständen denkbar und müssen durch wirksame konstruktive, anlagentechnische oder organisatorische Maßnahmen zum Schutz der Anlagenbetreuer, der Umwelt und der Anlage selbst verhindert werden.

2 Beschreibung der Anlage

2.1 Chemische Reaktionstechnik

Die Hydrochlorierung von Ferrosilizium ist die Umsetzung von metallisch verunreinigtem Silizium mit Chlorwasserstoff zu Trichlorsilan, dies ist für die Herstellung von hochreinem Silizium ein technisch bedeutender Prozess.

Das Rohsilizium wird durch Reduktion von Quarz mit Kohle unter Zugabe von Eisenschrott im Lichtbogenofen bei Temperaturen oberhalb von 1700°C

gewonnen. Das so erzeugte Rohsilizium wird in einer Mühle zerkleinert, und die sich anschließende Hydrochlorierung zu Chlorsilanen erfolgt bevorzugt in Wirbelschichtreaktoren bei Temperaturen oberhalb von 300°C. Diese Reaktion benötigt eine hohe Aktivierungsenergie, die in Form von thermischer Energie zugeführt wird. Die beiden Hauptprodukte der Hydrochlorierung sind Trichlorsilan und Siliziumtetrachlorid, vgl. **Bild 1**. Diese werden dann

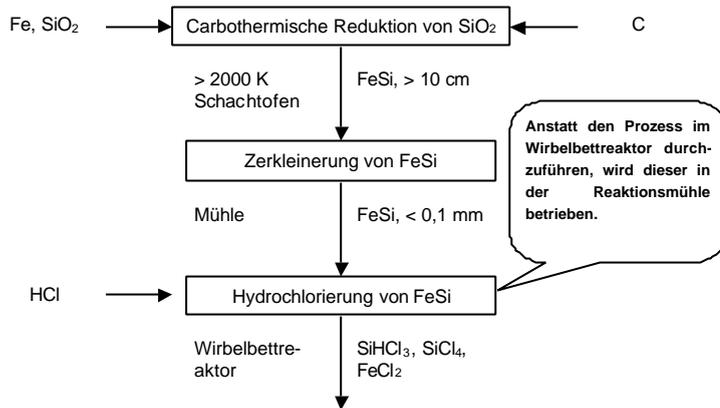


Bild 1: Klassische Prozessstufen der Chlorsilanerzeugung

voneinander getrennt (in Rektifikationskolonnen). Das so hochgereinigte Trichlorsilan wird im nächsten Prozessschritt in einem Siemens-Reaktor mit Wasserstoff bei ca. 1100°C zum hochreinen polykristallinen Silizium reduziert; hieran kann sich das Ziehen von Silizium-Einkristallen anschließen.

Die bisher konstruktiv voneinander getrennte Durchführung der Zerkleinerung und der chemischen Reaktion birgt das Problem, dass während der Zerkleinerung, der Zwischenlagerung und des Transports die Oberfläche des Rohsilizium durch Reaktion mit Luftsauerstoff passiviert wird. Dies verursacht eine verringerte Reaktionsgeschwindigkeit. Durch die Bildung von Eisenchlorid, dem eine reaktionshemmende Wirkung zugeschrieben wird, wird die Diffusion des Chlorwasserstoffs zum Reaktionspartner Silizium stark behindert.

Bei der Reaktionsschwingmühle wird nun der Prozess der chemischen Reaktion mit der ohnehin notwendigen Mahlung verbunden und damit die eingebrachte mechanische Energie neben der Mahlung auch für die Aktivierung des chemischen Prozesses eingesetzt. Somit ergibt sich, indem man Mahlung und Reaktion von Ferrosilizium betreibt und dabei synergetische Effekte nutzt, für die ener-

gieaufwendige Herstellung von reinem Silizium eine Verbesserung.

Durch die Zusammenlegung der beiden Prozessschritte wird die Oberfläche durch ständiges Zerkleinern des Feststoffes vergrößert und der gezielte Ausschluß von Sauerstoff verhindert die Bildung von passivierenden Oxidschichten auf der Siliziumoberfläche. Damit steht immer frische Bruchflächen dem Reaktionsgas zur Verfügung.

Neben diesem Frischflächeneffekt wird der Feststoff ergänzend mechanisch aktiviert, wodurch eine Absenkung der noch zuzuführenden Aktivierungsenergie erfolgt. Dieser Einfluss tritt umso stärker hervor, je niedriger die Temperatur ist. Damit entspricht die Reaktionsgeschwindigkeit mit simultaner Zerkleinerung bei 25°C formal der Reaktionsgeschwindigkeit ohne Zerkleinerung bei 270°C.

2.2 Konstruktion

Das Lösungskonzept für den Betrieb einer kontinuierlichen Reaktionsmühle mit Beschleunigungen bis zu 80g und Amplituden bis 20 mm zeigt **Bild 2**. Der Mahlbehälter ist in einem Federrahmen schwingend gelagert. Es wurde ein Antriebssystem gewählt, dass über die entsprechende Einstellung der Exzentrerscheiben eine Kreisschwingung unterschiedlicher Amplituden erzeugt. Der Schwingrahmen ist mit dem Antrieb durch Gleichlaufgelenkwellen verbunden, aus Gründen des dynamischen Verhaltens ist die Konstruktion symmetrisch ausgeführt.

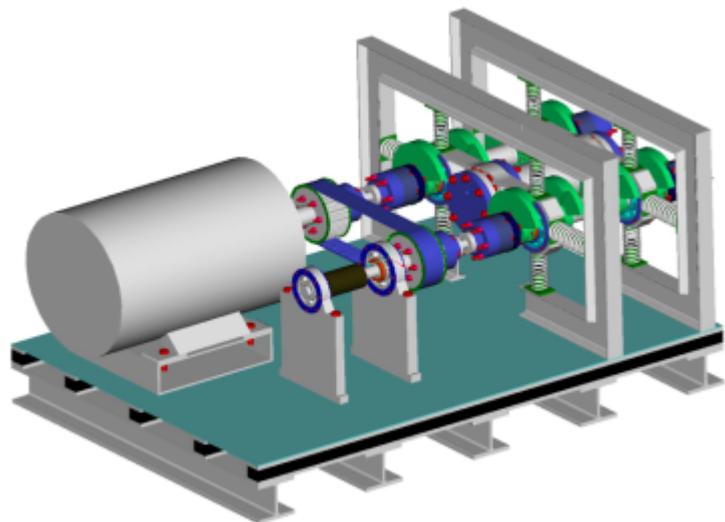


Bild 2: Pro/E Schattendarstellung der Reaktionsmühle

Der Reaktionsbehälter (**Bild 3**) hat die Grundform eines einseitig geschlossenen Zylinders. Die offene Seite dieses Zylinders ist mit einer Blindflanschverbindung versehen, die den Zugriff zum Innenraum ermöglicht. Der Behälterinnenraum selber bietet eine lichte Länge von 350 mm bei einem lichten Durchmesser von 100 mm. Form und Volumen des Innenraums ergeben sich aus der Umsatzvorgabe von 25 g/h Silizium. Damit erhält man nach entsprechender Berechnung folgende Volumen- und Massendurchsätze:

FeSi 90	28 g/h
HCl	72 l/h
Auslaß (gasförmig; SiHCl ₃ , H ₂)	42 l/h
FeCl ₂	59 g/h

Der Innenraum ist vertikal in verschiedene Bereiche aufgeteilt. Von der Bodenseite aus gesehen kommt zuerst der Bereich, in den das Ferrosilizium und HCl-Gas in den Behälter eingeschleust wird. Daran schließen sich drei Mahlräume mit einer Länge von jeweils 100 mm an. In diesen findet unter Beteiligung von Mahlkörpern die Reaktion statt, als deren Endprodukt u.a. die gasförmigen Chlorsilane entstehen. Auf der Flanschseite des Mahlbehälters befindet sich dann der Ausschleusungsbereich, durch den die festen Reaktionsprodukte aus dem Mahlbehälter abgeführt werden.

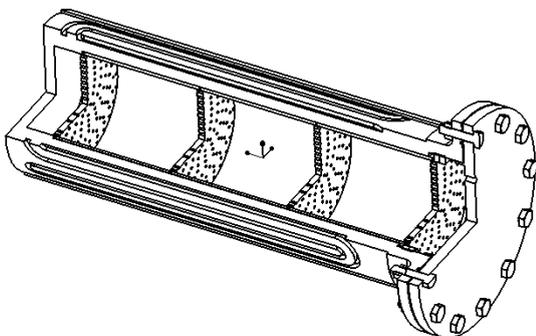


Bild 3: Mahl- und Reaktionsbehälter

Die einzelnen Bereiche im Inneren des Behälters sind durch Lochscheiben voneinander getrennt. Durch die Geometrie dieser Lochscheiben (Dicke der Scheiben, Anzahl, Orientierung und Durchmesser der Löcher) wird der Mahlguttransport des Behälters und damit die Verweilzeit des Ferrosiliziums in den Mahlräumen bestimmt. Außerdem trennen die Lochscheiben das Mahlgut von den Mahlkörpern. Die Zu- und Abführung der festen und gasförmigen Ausgangs- und Endprodukte der Reaktion finden über entsprechend dimensionierte Ein- und Auslässe auf der Boden- bzw. Flanschseite des

Mahlbehälters statt, an die sich jeweils Leitungen anschließen.

Zur Beheizung des Mahlbehälters sind in seiner Außenwandung Kanäle eingefräst, über die mittels eines entsprechenden flüssigen Mediums die Behälterschale und damit auch der Inhalt des Behälters beheizt bzw. gekühlt wird. Die Anschlüsse für die Zu- und Abführung des Heizmediums befinden sich an der Bodenseite des Mahlbehälters; von dort aus führen Zuleitungen zum außen liegenden Wärmetauscher. Um den Behälter auch während des Betriebs, d.h. während des Fortganges der Reaktion, hinreichend genau beheizen und kühlen zu können, ist auf der Bodenseite des Behälters ein Temperaturnehmter in die Wandung eingelassen.

Die kontinuierliche Zuführung der Ausgangsstoffe wird mit Hilfe eines Leitungssystems verwirklicht. Als Verbindung kommen Schneidringverbinder zur Anwendung, die die Gasdichtigkeit des Systems gewährleisten sollen. Aufgrund der geringen Menge FeSi, die pro Stunde benötigt wird, genügt ein Vorratsbehälter mit einem Fassungsvermögen von 5 kg den Anforderungen. Die Zumessung des FeSi erfolgt mit Hilfe einer Zellenradschleuse. Im Anschluß der Zellenradschleuse wird das HCl-Gas aus einer Gasflasche über einen Injektor zugeführt. Der Transport des Feststoffes in den Leitungen zum Behälter hin wird von den übertragenen Vibration bzw. der Schwerkraft gewährleistet.

Der Auslauf selbst ist an der unteren Seite des Mahlbehälters vorgesehen und mündet über den Zyklon in einen beheizten Vorratsbehälter. Die Aerosuspension darf die Grenztemperatur von 70°C während der Filtrierung und des Transportes nicht unterschreiten, da sie ansonsten flüssig wird und damit als aggressives Medium den Mahlbehälter und die Verbindungsleitungen stärker korrosiv beanspruchen kann.

Die kombinierte Zyklon-Sinterfiltereinheit oberhalb des Vorratsbehälters übernimmt die Trennung des fest-gasförmigen Gemisches. Die Staubteilchen müssen bis zu einer Korngröße von 7 µm aus dem Gas gefiltert werden.

Den Aufbau und die Funktion der verfahrenstechnischen Anlage zur Herstellung von Silanen (SiHCl₃, SiCl₄) zeigt **Bild 4**.

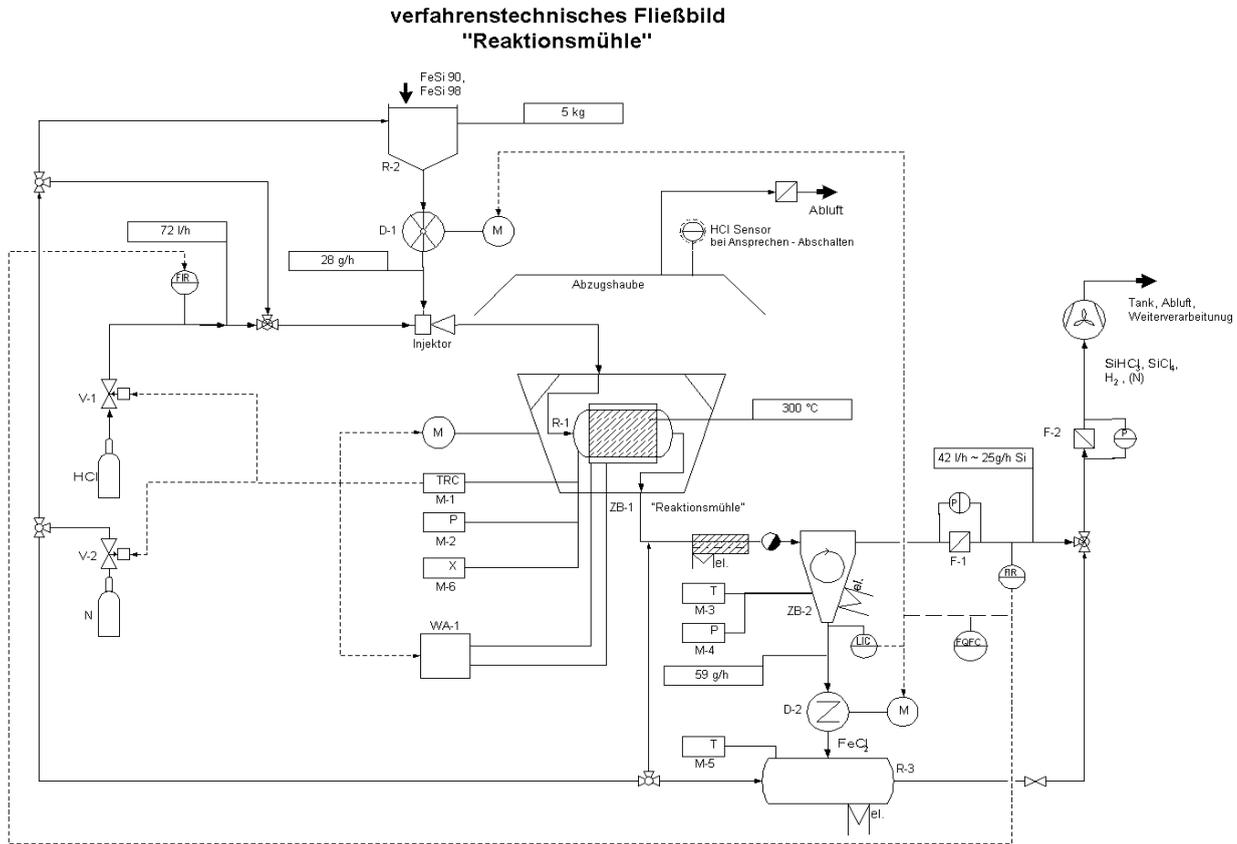


Bild 4: Verfahrensfließbild der Reaktionsschwingmühle

Die Reaktionsschwingmühle stellt ein Feder-Masse-System dar. Ein solches System muss vor zerstörend wirkenden Eigenfrequenzen, die hier im vorliegenden Fall im Anfahr- und Abfahrbereich liegen und wesentlich höhere Beschleunigungen als 80g bewirken, geschützt werden. Dies kann nur dann ohne Schädigung erfolgen, wenn ein leistungsstarker Motor die Eigenfrequenzbereiche schnell durchfahren kann. In **Bild 5** ist exemplarisch eine Eigenform des Ersatzmodells der Reaktionsschwingmühle (hier, bei einer Eigenfrequenz von 98 Hz) dargestellt.

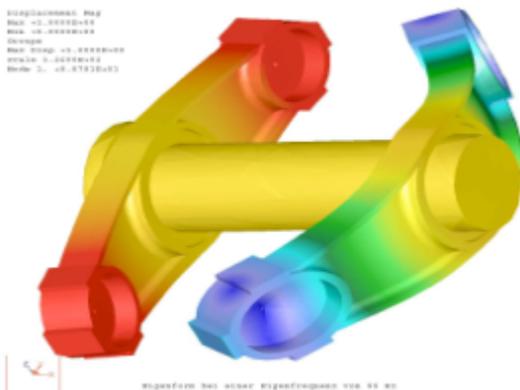


Bild 5: Eigenform des Ersatzmodells

3 Sicherheitsanalytische Betrachtungen zur Unterstützung der Entwicklungsarbeiten

Zum Zeitpunkt der Analyse stehen folgende Unterlagen bzw. Informationen zur Verfügung:

- Verfahrensbeschreibung,
- Stoffdaten,
- vorläufige Anforderungslisten der zu entwickelnden Schwingmühle,
- Konstruktionsunterlagen des Reaktionsbehälters,
- Vorläufiges vt-Fließbild sowie
- der Erfahrungsbericht des Pilotanlagenbetreuers.

Kernpunkt der sicherheitstechnischen Untersuchung ist zunächst der schwingende Reaktionsbehälter R-1, siehe **Bild 4**, in dem die chemische Reaktion des Ferrosiliciums mit dem HCl unter Wärmezufuhr und mechanischer Aktivierung stattfindet. Der Reaktionsbehälter muss den eingeplanten bekannten chemischen, mechanischen und thermischen Belastungen in allen Betriebsphasen standhalten. Dies wird neben einer optimierten *Prozessführung* (Temperatur, Druck, Verweilzeit, Anzahl und Art der Mahlkörper, Schwingfrequenz, u.a.) bei

der *Auslegung* (Wandstärke, Geometrie, Verbindungselemente) und der *Werkstoffwahl* berücksichtigt. Zusätzlich muss es möglich sein, Prozessabweichungen beheben (z.B. durch regelungstechnische Maßnahmen) bzw. die gesamte Anlage bei Funktionsstörungen einzelner Anlagenteile in einen sicheren Zustand fahren zu können, um Gefährdungen wirksam zu verhindern. Die angrenzenden Teilsysteme, wie die Zufuhr der Einsatzstoffe, die Inertisierung, die Schwingvorrichtung und die Trennung der Reaktionsprodukte, müssen sinnvollerweise mit in die Untersuchung einbezogen werden, da nicht immer der Ort der Störung aufgrund des Stoff- und Energietransportes identisch mit dem Ort der eigentlichen Störungsursache ist.

In einem ersten Schritt werden mit Hilfe einer Reaktionsmatrix, in der sämtliche im System vorhandene Stoffe (d.h. Einsatz-, Hilfs-, Werk- und Umgebungsstoffe) gegeneinander aufgetragen werden, die Stoff-Stoff- bzw. Stoff-Werkstoff-Wechselwirkungen bewertet. Ohne genaue Kenntnisse des Aufbaus des Systems bzw. der Bauart der Komponenten sind z.B. folgende Punkte zu beachten:

- HCl darf nicht austreten, d.h. sämtliche Dichtungen müssen HCl beständig sein.
- Luft muss vor Betrieb mit Stickstoff vollständig aus der Anlage verdrängt sein.
- Die Temperatur des Produktenstromes muss immer >70°C sein.

Anschließend werden für die Komponenten des Systems Maßnahmen zur Erhöhung der Anlagensicherheit vorgeschlagen, die auf Grundlage der aktuellen Informationen (vor allem aus dem vt-Fließbild) mit Hilfe der KOMB-Analyse erarbeitet werden.

Die Durchführung dieser prospektiven Analyse, die eine Kombination aus der HAZOP-Analyse und der Matrix-Analyse darstellt, siehe /1/, ist besonders für komplexe Systeme geeignet, da verhindert wird, dass durch Beseitigung eines Fehlers neue Störungen hervorgerufen werden: Erst wenn sämtliche Ursache-Wirkungs-Beziehungen im betrachteten System unter Angabe der betroffenen Komponenten ermittelt worden sind, werden bei der KOMB-Analyse die notwendigen Gegenmaß-

nahmen im Team festgelegt und deren Wirksamkeit bewertet (siehe Matrizen in **Bild 6**).

Störungen in verfahrenstechnischen Anlagen	
(1)	keine oder unvollständige Erfüllung der Funktion
(2)	unerwünschte chemische Reaktionen und Effekte
(3)	unerwünschte physikalische Reaktionen und Effekte
(4)	unerwünschte thermische Effekte
(5)	erhebliche Stofffreisetzungen

Tab. 1: Allgemeine Störungen in vt- Anlagen und Maschinen

Um zum jetzigen Zeitpunkt potentielle Störungen am Reaktionsbehälter zu *identifizieren*, ist es neben der Prüfung auf allgemeine, standardisierte Störungen hilfreich (siehe **Tab. 1** und /2/), durch rückblickendes Abstrahieren auf die tatsächlich "vorhandenen" Funktionen der zu entwickelnden Komponente zu schließen, wie in **Tab. 2** aufgeführt. Anhand der verschiedenen (Elementar-) Funktionen (und auch der Grundoperationen und chemischen Reaktion) werden in Verbindung mit den Leitworten des HAZOP-Verfahrens /3/ (NEIN, NICHT, ZU VIEL; ZU WENIG, usw.) dann systematisch Störungen und auch deren Ursachen abgeleitet sowie anlagenspezifische Auswirkungen ermittelt, siehe Formblatt 1, **Tab. 3**.

Durch den Einsatz Sicherheitstechnischer Maßnahmenkataloge, wie sie in /2/ beschrieben sind, wird diese Arbeit erheblich erleichtert.

Gerade die Funktionen, die zu Beginn der Planung noch nicht berücksichtigt wurden, wie beispielsweise *Stoff trennen – Sieben* oder *Stoff leiten- druck- und schwingfördern*, sind aufgrund der verschiedenen Möglichkeiten von Störungsursachen, näher zu analysieren.

Für den Reaktionsbehälter ergeben sich aufgrund

"Schwingmühle": Teilsystem Reaktionsbehälter		
Elementar-funktion ←	Grundoperationen Chem. Reaktionen ←	ausführende Komponenten auf Bauartebene
Stoff leiten	Dosieren	Schnittstelle Behälteröffnung / Zufuhrleitung
Stoff umwandeln (chemisch)	Hydrochlorieren	Reaktion der Ausgangsstoffe in beheiztem, schwingendem Behälter (Zylinder)
Stoff vereinigen	Mischen	Ausgangsstoffe / Mahlkörper im Behälter
Stoffabmessung ändern	Zerkleinern (durch Kugelmahlen)	Schwingende Behälterinnenwände und Mahlkörper
Stoff trennen	Sieben (Mahlkörper/ Reaktionsprodukte)	Lochböden im Behälterinnenraum
Stoff speichern	Verweilzeit einstellen	Behältergeometrie (Lochscheiben)
Stoff leiten	Druck- und schwingfördern	Schwingungsanregung des Behälters, Druckdifferenz des Gases gegenüber Umgebung
Stoff leiten	Stoff austragen	Schnittstelle Behälteröffnung / Abfuhrleitung
Phasenzustand einstellen	Wärme / Kälte zuführen	Wärmeaustausch über Heiz-/Kühlmittelstrom in Behälteraußenwandbereich
Energie leiten	Mechanische Energie zuführen (Schwingungen)	Beschleunigung und Schwingungsanregung des Behälters über Spannelemente
Energie speichern	Temperatur halten	Behälterwände
Stoff trennen	Inertisieren (Luft mit N ₂ verdrängen)	Spülung des Behälters vor und nach Betrieb und in Gefahrensituationen

Tab. 2: Aufspaltung des Teilsystems „Reaktionsbehälter“ in Elementarfunktionen, Grundoperationen und ausführende Komponenten

Komponente: Reaktionsbehälter R-1; Modus: Betrieb		
Störungen Fehler	Ursachen	Auswirkungen
(1) 1. Undichtigkeiten	U1 Anschlüsse undicht (Korrosion) U2 Deckeldichtung fehlerhaft	A1 geringe Stofffreisetzungen A2 Gefahr für Bedienungspersonal A14 Explosionsgefahr
(1) 2. Verstopfung der Lochscheiben	U3 unzul. Abrieb der Mahlkörper U4 Konstruktionsfehler (falsche Geometrie d. Lochscheiben) U5 unzul. hoher Kugelfüllgrad	A3 Gefahr unkontroll. exothermer Reaktion A4 T-anstieg in Behälter A5 T-anstieg in Produktaufbereitung A6 P-anstieg im Zufuhrsystem A7 keine /verminderte Produktförderung aus Austrittsöffnung A8 sonstige Auswirkungen unbekannt
...
(1) 4. keine / unvollst. Zerkleinerung	U7 keine Zufuhr FeSi 90 o. FeSi98 U8 Schwingfrequenz unzureichend U9 unzul. niedriger Kugelfüllgrad	A9 keine Bildung von Trichlorsilan A 11 verminderter Umsatz von Trichlorsilan A 10 Gefahr der Werkstoffkorrosion durch HCl A2 geringe Stofffreisetzungen
(1) 5. keine Reaktion	U10 keine Zufuhr HCl U8 Schwingfrequenz unzureichend U7 keine Zufuhr FeSi 90 o. FeSi98	A9 keine Bildung von Trichlorsilan A 10 Gefahr der Werkstoffkorrosion durch HCl A2 geringe Stofffreisetzungen
...

Tab. 3: Ausschnitt aus dem Formblatt 1 der KOMB-Analyse

der ermittelten Funktionsabweichungen bzw. der allgemeinen Störungen auf diese Weise folgende realistische Störungen, die im Laufe der Entwicklung noch zu konkretisieren sind:

1. Undichtigkeiten,
2. Verstopfung der Lochscheiben,
3. Verformung der Lochscheiben,
4. keine/unvollständige Zerkleinerung,
5. keine Reaktion,
6. unvollständige Reaktion,
7. kein Feststoffeintritt durch Eintrittsöffnung,
8. kein Feststoffaustritt durch Austrittsöffnung,
9. unerwünschte chemische Reaktionen,
10. unzulässige Wärmezufuhr,
11. unzulässige Wärmeabfuhr,
12. unerwünschte (erhebliche) Stofffreisetzungen.

Bei verbleibendem hohem Störungsrisiko (mit „schwerwiegenden“ Auswirkungen) müssen gegebenenfalls Funktionen in ihrer Reihenfolge verändert, ergänzt oder sogar ersetzt werden. Änderungen sind auch dann notwendig, wenn Probleme erst während des Probetriebes des Prototyps auftreten, die nicht beseitigt werden können. Gerade aber dieser Schritt soll ja mit der Durchführung einer Sicherheitsanalyse vermieden werden.

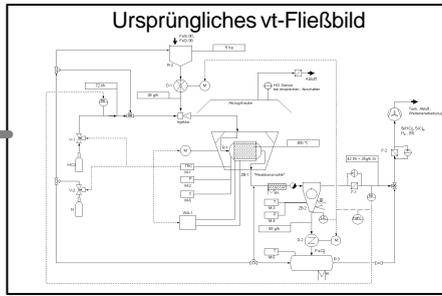
4 Ergebnis der Analyse

Abschließend wird anhand einiger Beispiele erläutert, wie die Sicherheit beim Betrieb der Reaktionsmühle erhöht werden kann.

Bezüglich der Störungen des Reaktionsbehälters können bereits folgende Punkte aufgezeigt werden:

- Eine **Druckentlastung** muss bei Überschreitung eines unzulässig hohen Druckes eingeplant werden, um ein Bersten des Behälters zu vermeiden. Das austretende Gas-Feststoffgemisch ist in einem entsprechend ausgelegten Tank aufzufangen. Der Ort und die Ausführbarkeit der Sicherheitsapparatur sind noch zu überprüfen.
- Aufgrund des bislang unbekanntens Verhaltens des Behälters unter Einsatzbedingungen ist die Notwendigkeit einer **Abreißsicherung** zur Vermeidung des Stoffaustrittes zu klären.

- Versuche sind einzuplanen, um das **Abriebverhalten** der Mahlkörper bei unterschiedlicher Beladung zu untersuchen. Anhand dieser Ergebnisse muss dann eine Begrenzung der zulässigen Betriebsstunden stattfinden.
- **Strömungsversuche** mit einem Ersatzfeststoff bei unterschiedlichem Mahlbehälterfüllgrad sind im schwingenden Reaktor notwendig, um die Verstopfungsneigung der Lochscheiben sowie die der Ein- und Austrittsöffnung zu untersuchen. Die tatsächliche Verweilzeit der Stoffe im Reaktionsbehälter ist zu überprüfen.
- Das **Eigenfrequenzverhalten** ist bei unterschiedlicher Beladung des Behälters zu untersuchen.
- Es ist zu klären, welchen Einfluss die Schwingungserregung des Behälters auf den Transport des Kühl-/Heizmittels in der Behälteraußenwand und damit auf die **Wärmeübertragungsleistung** hat.
- Vor jeder Inbetriebnahme ist eine **Dichtigkeitsprüfung** des Behälters vorzunehmen, so dass ein Stoffaustritt durch Fertigungs- oder Montagefehler vermieden wird. Fehlerhafte Dichtungen und Verbindungsschläuche sind so erkennbar und können rechtzeitig ersetzt werden. Die notwendigen Absperrorgane sind zu ergänzen.



Komponente: Reaktionsbehälter R-1; Modus: Betrieb		
Störungen Fehler	Ursachen	Auswirkungen
(1) 1. Undichtigkeiten	U1 Anschlüsse undicht (Korrosion) U2 Deckdichtung fehlerhaft	A1 geringe Stofffreisetzungen A2 Gefahr für Bedienungspersonal A14 Explosionsgefahr
(1) 2. Verstopfung der Lochscheiben	U3 unzul. Abrieb der Mahlkörper U4 Konstruktionsfehler (falsche Geometrie d. Lochscheiben) U5 unzul. hoher Mahlbefüllgrad	A3 Gefahr unkontroll. exothermer Reaktion A4 T-anstieg in Behälter A5 T-anstieg in Produktaufbereitung A6 P-anstieg im Zufuhrsystem A7 keine /verminderte/ Produktförderung aus Austrittsöffnung A8 sonstige Auswirkungen unbekannt
(1) 3. Verformung der Lochscheiben	U6 zu langes Verbleiben im Eigenfrequenzbereich U4 Konstruktionsfehler (falsche Geometrie d. Lochscheiben)	Siehe Störungsauswirkungen von 2.
(1) 4. keine / unvollst. Zerkleinerung	U7 keine Zufuhr FeSi 90 o. FeSi98 U8 Beschleunigung (Amplitude-Drehzahl) unzureichend U9 unzul. niedriger Kuellüllgrad	A9 keine Bildung von Trichlorsilan A 11 verminderter Umsatz von Trichlorsilan A 10 Gefahr der Werkstoffkorrosion durch HCl A1 geringe Stofffreisetzungen
(1) 5. keine Reaktion	U10 keine Zufuhr HCl U8 Beschleunigung (Amplitude-Drehzahl) unzureichend U7 keine Zufuhr FeSi 90 o. FeSi98	A9 keine Bildung von Trichlorsilan
(1) 6. unvollständige Reaktion	U8 Beschleunigung (Amplitude-Drehzahl) unzureichend U11 T _{erf} U12 Mengenverhältnis der Ausgangsstoffe falsch U4 Konstruktionsfehler (Toträume in Reaktorbehälter) U13 Verweilzeit im Behälter zu kurz	A9 keine Bildung von Trichlorsilan A 10 Gefahr der Werkstoffkorrosion durch HCl A1 geringe Stofffreisetzungen A 10 Gefahr der Werkstoffkorrosion durch HCl A 11 verminderter Umsatz von Trichlorsilan
(1) 7. kein Feststoff-eintritt d. Öffnung	U14 Fehler in Teilsystem Injektor U15 Zuleitungen verstopft	A4 T-anstieg in Behälter A9 keine Bildung von Trichlorsilan
(1) 8. kein Feststoffaustritt d. Austrittsöffnung	U4 Konstruktionsfehler (Mahlkörper treten aus, verstopfen Öffnung) U16 falsche Stellung des Ventils (im Anschluß an Reaktor) U17 Fehler in Teilsystem Produktnachbereitung	A4 T-anstieg in Behälter A8 sonstige Auswirkungen unbekannt
(2) 9. unerwünschte chemische Reaktion	U18 unzul. Temp. quelle (Bildung von Hot-spots) U19 Eindringen von Kühl-/Heizflüssigkeit in Behälter U20 keine vollständige Inertisierung U25 Zufuhr verunreinigtes FeSi, auch andere Stoff möglich	A4 T-anstieg in Behälter A12 T _{erf} in Behälter A13 T _{erf} in Produktaufbereitung A14 Explosionsgefahr A15 erhebliche Stofffreisetzungen A16 Brandgefahr A15 erhebliche Stofffreisetzungen A2 Gefahr für Bedienungspersonal
(4) 10. unzulässige Wärmezufuhr	U21 Störung an TIC (M-1) U22 Störung an WA-1	A4 T-anstieg in Behälter A3 Gefahr unkontrollierter exothermer Reaktion
(4) 11. unzulässige Wärmeabfuhr	U21 Störung an TIC (M-1) U22 Störung an WA-1	A 11 verminderter Umsatz von Trichlorsilan A 10 Gefahr der Werkstoffkorrosion durch HCl A18 Gefahr, dass Fixierung des Behälters gestört wird A8 sonstige Auswirkungen unbekannt
(5) 12. unerwünschte (erhebliche) Stofffreisetzungen	U6 zu langes Verbleiben im Eigenfrequenzbereich (Eigenfrequenzbereich unbekannt) U23 Bauteilversagen aufgrund: >p> und/oder T> U14 Montagefehler	A17 Zerstörung des Behälters A2 Gefahr für Bedienungspersonal A16 Brandgefahr A15 erhebliche Stofffreisetzungen A14 Explosionsgefahr

	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10	A11	A12	A13	A14	A15	A16	A17	A18
U1	X																	
U2	X																	
U3	X																	
U4	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U5	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U6	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U7	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U8	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U9	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U10	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U11	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U12	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U13	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U14	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U15	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U16	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U17	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U18	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U19	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U20	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
U21	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X

	Reaktor R-1	TIC-M 1	PIR-M 2	WA-1	Schwung	Injektor	Zelleid D-1	Zuleitung Z1	Abteilung	Zytron ZB-2	Zelleid D-2	Filter F-1	Filter F-2	HCl	Fe-Si 90/98	N	VB	TB	NB	
U22	X																			
U23	X																			
U24	X																			
U25	X																			

	Reaktor R-1	TIC-M 1	PIR-M 2	WA-1	Schwung	Injektor	Zelleid D-1	Zuleitung Z1	Abteilung	Zytron ZB-2	Zelleid D-2	Filter F-1	Filter F-2	HCl	Fe-Si 90/98	N	VB	TB	NB	
RB-1	X																			
A1	X																			
A2	X																			
A3	X																			
A4	X																			
A5	X																			
A6	X																			
A7	X																			
A8	X																			
A9	X																			
A10	X																			
A11	X																			
A12	X																			
A13	X																			
A14	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
A15	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
A16	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
A17	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
A18	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X

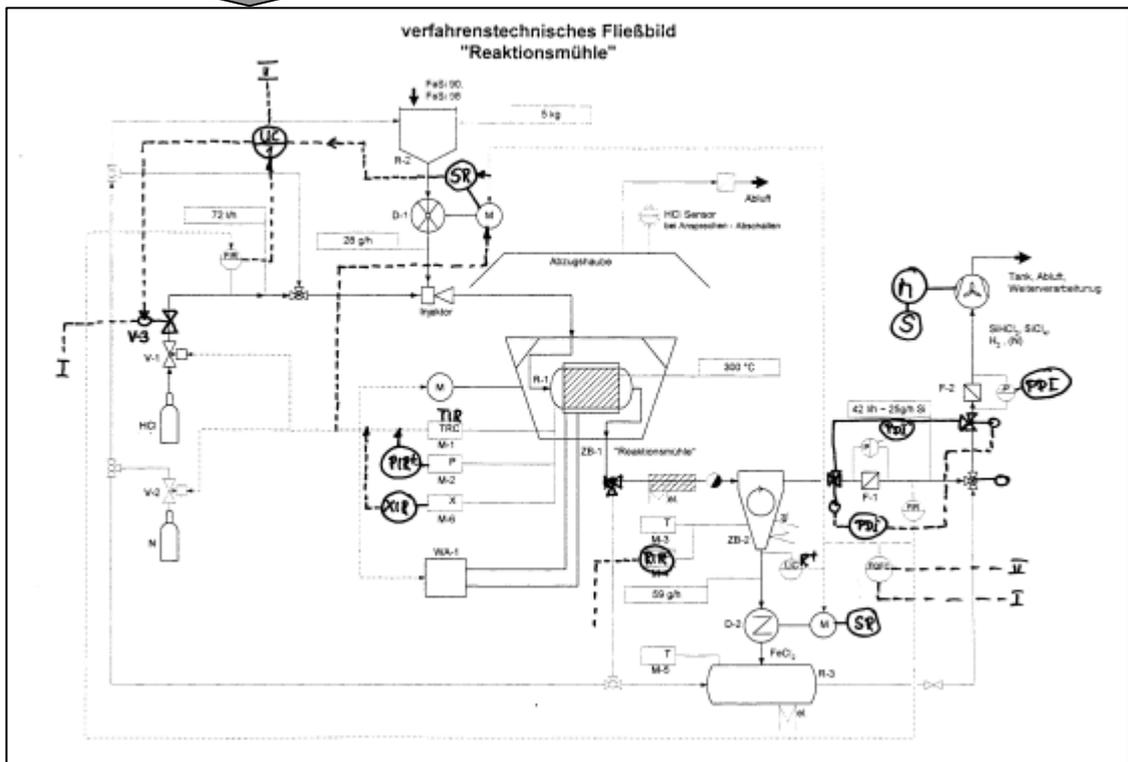


Bild 6: Ablauf der Sicherheitsanalyse

Abschließend sind einige Maßnahmen aufgelistet, die die angrenzenden Komponenten des Reaktors betreffen:

- Es ist zu überprüfen, inwieweit eine **Austrags-hilfe** zur Vermeidung der Brückenbildung des FeSi im Behälter R-2 erforderlich ist.
- Die Zellradschleuse D-1 ist so auszulegen, dass eine **Spülung** mit Stickstoff möglich ist.
- Weiterhin muss geklärt werden, wie der tatsächlich in den Reaktor eintretende FeSi - Massenstrom gemessen werden kann. Auch ist eine **Massenstrom-Verhältnisregelung** auf Produktseite sinnvoll, die bei Grenzwertüberschreitung sowohl die HCl- als auch die FeSi-Zufuhr absperrt, den Motor der Mühle stoppt und die Reaktorkühlung sowie den Stickstoffeintrag initiiert.
- Um zu gewährleisten, dass bei Störungen am Reaktor auch die nachfolgenden Komponenten mit Stickstoff durchspült werden können, ist eine **zusätzliche Gasleitung** zur Endproduktleitung erforderlich.
- Im Falle einer Störung (vor allem auch Stromausfall) muss das Ventil V-1 automatisch in den geschlossenen Zustand fallen und das Ventil V-2 den maximal eingestellten Massenstrom durchlassen.
- Eine **Bypassschaltung** zur Umgehung des Filters F-1 ist notwendig, um den erforderlichen Druckverlust über dem Zyklon zur Aufrechterhaltung der Abscheideleistung auch bei Zusetzen des Filters F-1 zu gewährleisten und vor allem einen Druckanstieg im Zyklon zu vermeiden.
- Aufgrund der Druckverluste in der Anlage ist ein **Gebälse** zur Erzeugung der erf. Druckdifferenz notwendig. Nach konkreter Festlegung des Betriebsdruckes können hier Aussagen getroffen werden, die auch Einfluss auf die Auslegung des Zyklons und der beiden Filter haben.
- Es ist zu klären, ob die bisherige eingeplante **Messung des Füllstandes** am Zyklon zur alleinigen Messung des FeCl₂-Massenstromes zulässig ist.

Die Analyse zeigt, dass die Messung sicherheitsrelevanter Prozessparameter noch nicht ausreichend in der Planung berücksichtigt worden ist. Zudem ist es nicht möglich, die Anlage bei Störungen gefahrlos herunterzufahren. Das kontinuierliche Zu-

und Abführen der Edukte bzw. Produkte ist nicht immer gewährleistet; Fehler können erst evtl. zu spät bemerkt und damit nicht behoben werden. Für das Anfahren, den Betrieb und das Abfahren der Anlage sind Betriebsanweisungen zu erstellen, die neben der persönlichen Schutzausrüstung auch direkte Maßnahmen im Falle einer Störung enthalten, wenn diese nicht automatisch ausgeführt werden bzw. nicht ausführbar sind.

Wichtig für den Versuchsingenieur / Anlagenbediener ist auch die Kenntnis über die zu treffenden Maßnahmen bei einem Unfall beim Umgang mit den Gefahrstoffen und die Möglichkeit, die Anlage schnell über gut zugängliche Not-Aus-Schalter in den sicheren Zustand fahren zu können.

5 Zusammenfassung

Während bislang eher die Systematik entwicklungsbegleitender Sicherheitsanalysen im Vordergrund stand, siehe /2/, werden hier an einem konkreten Beispiel Maßnahmen zur Risikobegrenzung für eine verfahrenstechnische Maschine erarbeitet. Zu diesem Zweck werden der geplante Prozess und die wichtigsten Komponenten der Reaktions-schwingmühle vorgestellt sowie einzelne Zwischenergebnisse der Analyse an Beispielen erläutert. Aufgrund der erlangten Erkenntnisse wird nicht nur das Risiko eines Störfalles vermindert. Ebenso wird bislang personengebundenen Wissen systematisch dokumentiert und die Notwendigkeit einer besonderen Betrachtungsweise beim Betrieb einer komplexen Anlage vermittelt, die bereits in der Maschinenentwicklung Berücksichtigung finden muss.

6 Literatur

- /1/ Dietz, P.; Bönig, S.; Heimannsfeld, K.: Institutsmitteilung Nr. 22, IMW Clausthal 1997
- /2/ Dietz, P.; Bönig, S.: Institutsmitteilung Nr. 24, IMW Clausthal 1999
- /3/ Bartels, K.; Hoffmann, H.; Rossinelli, L.: Risikobegrenzung in der Chemie, PAAG-Verfahren (HAZOP), Internationale Sektion der IVSS für die Verhütung von Arbeitsunfällen und Berufskrankheiten in der chemischen Industrie, Heidelberg 1990