



HOCHSCHULE MERSEBURG

Temperierung und Dosierung eines Laborreaktors

PROJEKTBERICHT THERMISCHE VERFAHRENSTECHNIK II

vorgelegt von:

Roman-Luca Zank

Betreuung: Herr Ramhold

Versuchsdurchführung: Ende Mai bis Anfang Juni

Abgabe: 15.06.2021

Merseburg den 15.06.2021

Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis	1
Tabellenverzeichnis	2
1 Einleitung und Versuchsziel	3
2 Theoretische Grundlagen	4
2.1 Dosierung mittels Tropftrichter oder Tropf	4
2.2 Ausflussgeschwindigkeit - TORRICELLI-THEOREM	5
2.3 Dosierung mittels Pumpen	5
2.4 Temperaturprofile mittels Thermostat	5
2.5 Rührer und Drehzahl	5
3 Geräte und Chemikalien	5
4 Versuchsdurchführung	6
4.1 Einstellen der Temperaturprofile	6
4.2 Messwertaufnahme der Temperaturprofile	8
4.3 Dosierung mit Pumpen	11
5 Ergebnisse	12
6 Diskussion der Ergebnisse	13
7 Zusammenfassung und Fazit	13
Literaturverzeichnis	14

Abbildungsverzeichnis

1	Skizze der realen Anforderungen an das Reaktorsystem	4
2	Skizze der vereinfachten Anforderungen an das Reaktorsystem für Prozess 1	4
3	Gerätefenster der EASY TEMP Software zum Starten des Thermostates	7
4	Kurvenkonfiguration der EASY TEMP Software	8
5	Beispiel einer Messwertaufnahme in EASY TEMP	8
6	Einrichten des Präzisionsmessgerätes mit WINCONTROL	9
7	Programmieren der Messstellen in WINCONTROL	9
8	Einrichten des Liniendiagramms in WINCONTROL	10
9	Beispiel einer Messwertaufnahme in WINCONTROL	10
10	Profilditor in EASY TEMP	11
11	Temperaturkurve für den vereinfachten Prozess 1	12

Tabellenverzeichnis

1	zusammengefasste Anforderungen Prozess 1 und 2	3
2	Projektanforderungen: Vereinfachung des Prozesses 1	3
3	Konfigurationen JULABO Thermostat MW und EASY TEMP-Software .	7

4	Gemessene Dauer für Aufheiz- und Abkühlvorgänge	11
5	Messungen für die Bestimmung des Leitungswasserstromes	12

1 Einleitung und Versuchsziel

Für eine Arbeit des POLYMERSERVICE MERSEBURG (PSM) wird ein 2L-Reaktorsystem mit automatischer Dosierung über mehrere Stunden gefordert. Weiterhin sollen über Temperaturprofile Aufheiz- und Abkühlvorgänge gesteuert werden. Beide Anforderungen sind für zwei verschiedene Polymerisationen zu erfüllen, jedoch wird sich in dieser Arbeit auf den ersten der beiden Prozesse konzentriert.

Ziel des Projektes im Rahmen des Moduls Thermischer Verfahrenstechnik II ist es, dass in Form einer studentischen Arbeit ein Prototyp für ein mögliches Reaktorsystem aufgebaut und vorgestellt wird. Die benötigten Spezifikationen an das geforderte System wurden hierfür abstrahiert und vereinfacht (vgl. Abb. 1 und Tab. 2). Dabei wird aufgezeigt welche Möglichkeiten in der Umsetzung mit bereits vorhandenen Mitteln an der HOCHSCHULE MERSEBURG bestehen.

Tab. 1: zusammengefasste Anforderungen Prozess 1 und 2

Anforderung	Beschreibung
2L-Reaktor	Es wird ein offener 2L-Reaktor für die Reaktion benötigt.
Temperaturprofile	Die Temperaturen des Prozesses sind über Temperaturprofile einzustellen mit $\delta_{\max} = 135^\circ\text{C}$.
Edukte	Es werden vorgegebene, wässrige Edukte genutzt.
Ankerrührer	Für die Durchmischung ist ein Ankerrührer zu verwenden. Es darf keine Trombe entstehen.
Stickstoffatmosphäre	Es ist eine Stickstoffschutzatmosphäre auszuführen.
Wasserdampfdestillation	Es ist eine Wasserdampfdestillation auszuführen.
Kühler	Es wird eine Kühlung ausgeführt und Kondensat in einem externen Behälter aufgefangen.
pH-Wert	Für Prozess 2 ist eine pH-Wert Messung und Regelung notwendig.
Gefriertrocknung	Für Prozess 2 ist eine Gefriertrocknung notwendig.
Feeds Prozess 1	Feed 1: über 3 h mit $135 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ Feed 2: über 2 h mit $500 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ Feed 3: über 4 h mit $11,25 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ Feed 4: über 1 h mit $20 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$
Feeds Prozess 2	Feed 1: über 4 h mit $20 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ Feed 2: über 5 h mit $6,78 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ Feed 3: zeitnahes Zugabe von 0,238 5 mL unter Beachtung des Siedeverzuges Feed 4: sekundenschnelle Zugabe von 0,055 5 mL Feed 5: sekundenschnelle Zugabe von 0,122 3 mL Feed 6: je nach pH-Wert Zugabe von 0,065 9 mL

Tab. 2: Projektanforderungen: Vereinfachung des Prozesses 1

Anforderung	Beschreibung
2L-Reaktor	Es wird ein offener 2L-Reaktor für die Reaktion benötigt.
Temperaturprofile	Die Temperaturen des Prozesses sind über Temperaturprofile einzustellen mit $\delta_{\max} = 80^\circ\text{C}$.
Feed 1 zu dosieren	Feed 1 ist mit $135 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ über 3 h zuzudosieren.
Feed 4 zu dosieren	Feed 4 ist mit $20 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ über 1 h zuzudosieren.
Feed 3 & Feed 4	Feed 3 und 4 werden nicht ausgeführt.
Edukte	Wasser wird als Ersatz für die realen Edukte genutzt.
Ankerrührer	Für die Durchmischung ist ein Ankerrührer zu verwenden. Es darf keine Trombe entstehen.
Stickstoffatmosphäre	Es wird keine Schutzatmosphäre ausgeführt.
Wasserdampfdestillation	Es wird keine Wasserdampfdestillation ausgeführt.
Kühler	Es wird keine Kühlung ausgeführt und kein Kondensat aufgefangen.

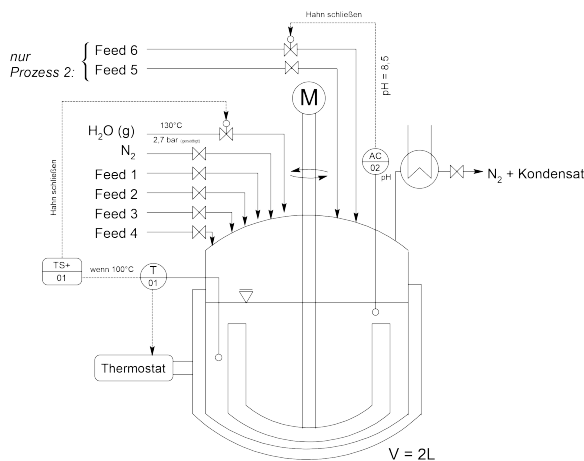


Abb. 1: Skizze der realen Anforderungen an das Reaktorsystem

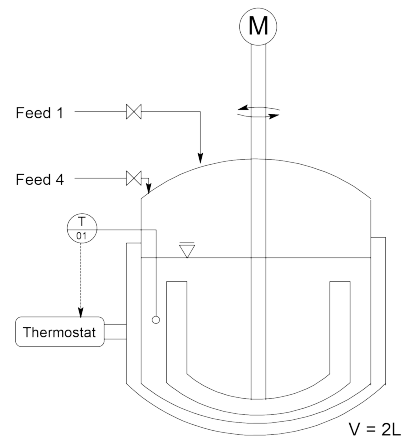


Abb. 2: Skizze der vereinfachten Anforderungen an das Reaktorsystem für Prozess 1

2 Theoretische Grundlagen

In diesem Abschnitt werden die theoretischen Grundlagen aufgeführt, die für die Projektbearbeitung notwendig sind. Es wird hierbei hauptsächlich auf das Thema der Dosierung konzentriert, da diese derzeit den Hauptschwerpunkt des Projektes darstellt.

2.1 Dosierung mittels Tropftrichter oder Tropf

Die einfachste Variante um eine automatische Dosierung über einen festgelegten Zeitraum zu dosieren, ist ein höher gelegener, gefüllter Behälter mit einer Leitung zum Reaktionsraum. Typische Beispiele sind aus dem chemischen Labor der Tropftrichter und aus der Medizin eine Infusion.

Tropftrichter

Ein Tropftrichter beschreibt ein Glasgerät, welches im Labor zum Zutropfen von Flüssigkeiten und Lösungen zu einer Reaktionsmischung verwendet. Hierbei lässt sich über einen Hahn eine genaue Dosierung realisieren [1]. Vorteil des Tropftrichters ist seine leichte Handhabung und die meist vorhandene Schliffverbindung, welche ein einfaches Montieren ermöglicht. Nachteil des Tropftrichters ist jedoch, dass sich mit ihm keine genauen Volumenströme, außer über die Tropfgeschwindigkeit einstellen lassen können. Zudem verringert sich die Geschwindigkeit mit Verringerung des hydrostatischen Druckes durch den Füllstand im Tropftrichter (siehe 2.2 TORRICELLI-Theorem). Ebenfalls ein Nachteil ist, dass sich hochviskose Stoffe kaum bis gar nicht auf diese Art und Weise zu dosieren lassen.

Schwerkraftinfusion

Alternativ findet sich im medizinischem Alltag ebenfalls eine Dosierung mit kleinen Flussraten in Form einer Schwerkraftinfusion wieder. Diese funktioniert, ebenso wie der Tropftrichter, aufgrund des hydrostatischen Druckes und kann üblicherweise Flussraten von $5 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ bis $300 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ erreichen [2]. Vorteil einer Schwerkraftinfusion zeigt sich in ihrem Aufbau, da über eine sogenannte Tropfenkammer und einen

Durchflussregler eine genaue Tropfgeschwindigkeit einstellbar ist. Für den Anwender lassen sich so, einfacher als beim Tropftrichter die Tropfgeschwindigkeit und damit auch der Volumenstrom regulieren. Die Nachteile der Schwerkraftinfusion gleichen sich mit denen des Tropftrichters. Es wäre demnach eine regelmäßige Kontrolle der Tropfgeschwindigkeit notwendig aufgrund der sich ändernden Fließeigenschaften mit der Zeit. Somit wären regelmäßige Kontrollen der Fließrate innerhalb von 20-30 min nötig [3].

2.2 Ausflussgeschwindigkeit - Torricelli-Theorem

Sowohl Tropftrichter als auch

2.3 Dosierung mittels Pumpen

Zahnradpumpe

Spritzenpumpe

Schlauch-Peristaltik-Pumpe

Membranmagnetpumpe

2.4 Temperaturprofile mittels Thermostat

Anleitungen verlinken bzw. Arbeit in externes Dokument aufteilen

2.5 Rührer und Drehzahl

Ankerrührer hochviskose Medien Drehzahl nicht genau bestimmbar

3 Geräte und Chemikalien

Geräte:

- JULABO Thermostat TopTech MW
- Computer mit JULABO EASY TEMP und WINCONTROL
- PVC-Gewebesläuche mit Schlauchschellen für Verbindung von Thermostat mit Reaktor
- PVC-P-Schläuche mit Schlauchschellen für Thermostatkühlung (APDatec 840)
- PVC-P-Schläuche für Pumpendosierung (TOL Original Guttasyn)
- ISMATEC Microliter Zahnradpumpe
- PROMINENT BETA/5 Magnetdosierpumpe
- Präzisionsmessgerät AHLBORN ALMEMO 2890-9
- Thermoelementstecker ALMEMO ZA-9000-FSK2-NORM E4 - NiCr (Typ K)
- 2L-Reaktor (Höhe:Durchmesser-Verhältnis 1:4)
- Laborrührer mit verschiedenen Ankerrührern

Chemikalien:

Für alle Vorgänge wurde im Labor verfügbares Leitungswasser genutzt.

4 Versuchsdurchführung










4.1 Einstellen der Temperaturprofile

Vorbereitung des Thermostates und des Reaktors



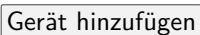
Begonnen wurde die Versuchsdurchführung durch Inbetriebnahme des Thermostats. Hierfür wurden die Gewebe-PVC-Schläuche über einen Schlauch-Gewinde-Adapter mit dem 2L-Reaktor verbunden. Das jeweils andere Ende der Schläuche war bereits mit dem Thermostat über Schlauchschellen befestigt. Für die Verbindung mit dem Thermostat war es zu beachten, dass der Schlauch mit dem heizenden Vorlaufstrom an der unteren Seite des Reaktors festgeschraubt wurde, Luftblasen im Reaktormantel zu vermeiden. Danach wurden ebenfalls über Schlauchschellen weitere PVC-Schläuche mit den Ein- und Ausgänge der Thermostatkühlung verbunden. Der eingehende Schlauch wurde auf der anderen Seite mit einem Wasseranschluss (ungeöffnet) versehen. Der ausgehende Schlauch führte in einen Abguss. Nun konnte das Thermostat eingeschaltet werden und es meldete sich sofort eine Fehlermeldung E01, welche in diesem Fall auf einen zu niedrigen Füllstand im Behälter des Thermostates hinwies. Nach Auffüllen des Thermostatbades wurde das Gerät erneut ohne Fehlermeldung gestartet und nun war es dem Thermostat manuell eine Solltemperatur zu geben und den Prozess zu starten. Um jedoch mit Temperaturrampen arbeiten zu können, war das Herstellen einer Verbindung zu einem PC mit der JULABO EASY TEMP Software nötig.

Abbildung mit Thermostat Wasserhahn und Reaktor

Konfigurieren des Thermostates

Hierfür wurde der Computer und das Thermostat mittels Kabel über die verfügbaren RS-232-Schnittstellen miteinander verbunden. Durch gleichzeitiges Drücken der Cursortaste  und der Entertaste  gelangte man in die Konfigurationsebene des Thermostates und konnte die in Tabelle 3 aufgeführten Einstellungen für die Fernsteuerung mittels Computer einstellen. Über die Tasten  und  ließ sich nun der gewünschte Parameter auswählen und über die Tasten  und  dessen Wert verändern. Jede Änderung musste mit der Entertaste  bestätigt werden. Durch erneut gleichzeitiges Drücken der Cursortaste  und der Entertaste  wurde die Konfigurationsebene des Thermostats wieder verlassen. Auf dem Display der Thermostates war nun die Meldung rOFF zu sehen.

Konfigurieren des Computers

Nachdem das Thermostat konfiguriert wurde, erfolgte eine weitere Konfiguration am PC mit der JULABO EASY TEMP Software. Nach dem Starten des Programms wurde zu   navigiert und es öffnete sich ein Fenster. Unter  können nun die Einstellungen aus Tabelle 3 für den Computer konfiguriert werden.

Tab. 3: Konfigurationen JULABO Thermostat MW und EASY TEMP-Software

Gerät	Parameter	Wert
Thermostat	Atc	0
	H	1
	P	2
	Br	48
	r	1
Software	Gerät	TopTechMXs
	Anschluss	COM 1
	Bautenrate	48000 s

Als dies erfolgt war, konnten alle Einstellungen übernommen werden und es öffnet sich ein Fenster wie in Abbildung 3. Über das Feld **Online** wurde bestätigt, dass eine Verbindung mit dem Thermostat hergestellt wurde. Über einen Klick auf das graue Feld **Standby** konnte das Thermostat nun gestartet werden und das Feld wechselte die Farbe auf grün und zeigte das Wort **Start** an. Das Thermostat regelte die Temperatur des Heizfluides (hier: Wasser) nun auf die angegebene Solltemperatur (hier: 80°C). Über einen Klick auf die Solltemperatur, ließ sich dieser Wert auch ändern.

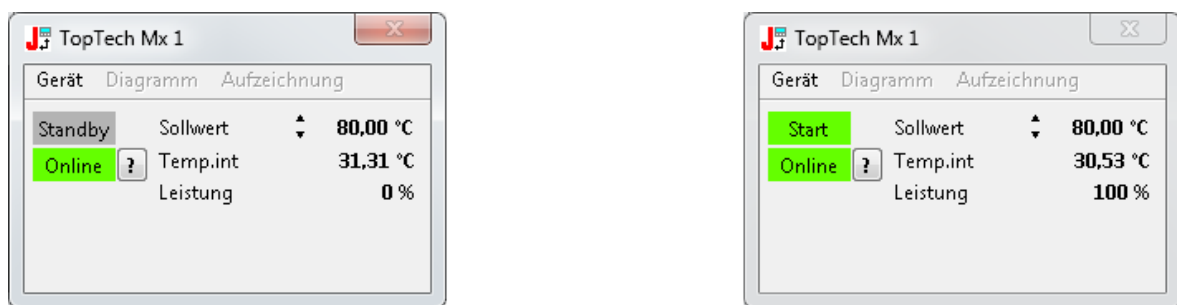


Abb. 3: Gerätefenster der EASY TEMP Software zum Starten des Thermostates

Kurvendarstellung am PC - Easy Temp Software

Nachdem nun das Thermostat und der PC miteinander kommunizieren konnten, bestand nun auch die Möglichkeit sich den Temperaturverlauf des Heißfluides darstellen zu lassen. Hierfür navigierte man im Hauptfenster des Programms nach **Ansicht** > **Kurven bearbeiten** und es öffnete sich das Fenster der Kurvenkonfiguration, welches in Abb. 4 zu sehen ist. Über die Schaltfläche **Hinzufügen** konnte nun ein neues Gerät hinzugefügt werden, sowie der darzustellende Messwert ausgewählt und Namen für den Messwert vergeben werden. In diesem Versuch wurden der Sollwert und die interne Temperatur im Thermostat ausgewählt und infolge dieser Einstellungen geplottet (vgl. Abb. 5).

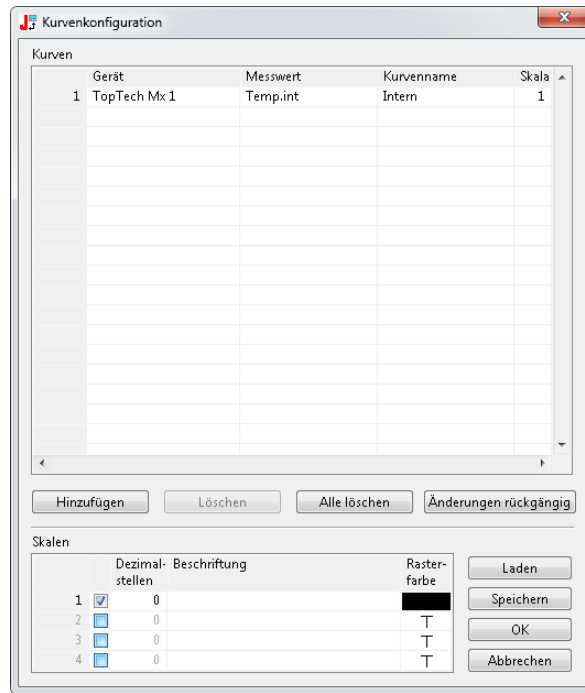


Abb. 4: Kurvenkonfiguration der EASY TEMP Software

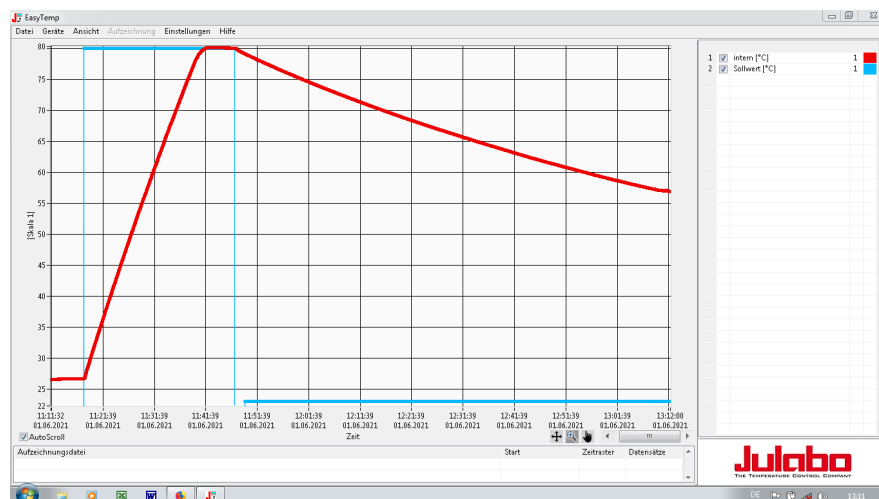


Abb. 5: Beispiel einer Messwertaufnahme in EASY TEMP

4.2 Messwertaufnahme der Temperaturprofile

Da die aufgenommenen Messwerte der EASY TEMP-Software nicht in der kostenfreien Variante des Programms exportiert werden können, war für die Messwertaufnahme eine externe Messung notwendig. Hierfür wurde das Präzisionsmessgerät AHLBORN ALMEMO 2890-9 mit Thermoelementstecker genutzt. Ein Messfühler wurde dabei für die Messung der Lufttemperatur und einer für die Temperatur des Thermostatbades genutzt. Über einen passendes Datenkabel, welches in den oberen linken USB-Ports des Rechners gesteckt wurde, konnte nun über die Software WINCONTROL eine exportierbare Messwertaufzeichnung realisiert werden. Zunächst sollte überprüft werden, dass das Messgerät eine Baudraten von 9 600 s aufweist. Da an dem Messgerät

nichts geändert wurde, konnte davon ausgegangen werden, dass diese Baudrate bereits eingestellt ist. Es folgt das Starten des Programmes WINCONTROL und über das Menü **Einstellungen** **Verbindungen verwalten** **Hinzufügen** konnte ein Gerät hinzugefügt werden. Als Anschluss musste in diesem Versuch COM4 gewählt werden. Eine erfolgreiche Verbindung ist am grün-blinkendem Feld am unteren Rand des Programms sichtbar (siehe Abb. 6).

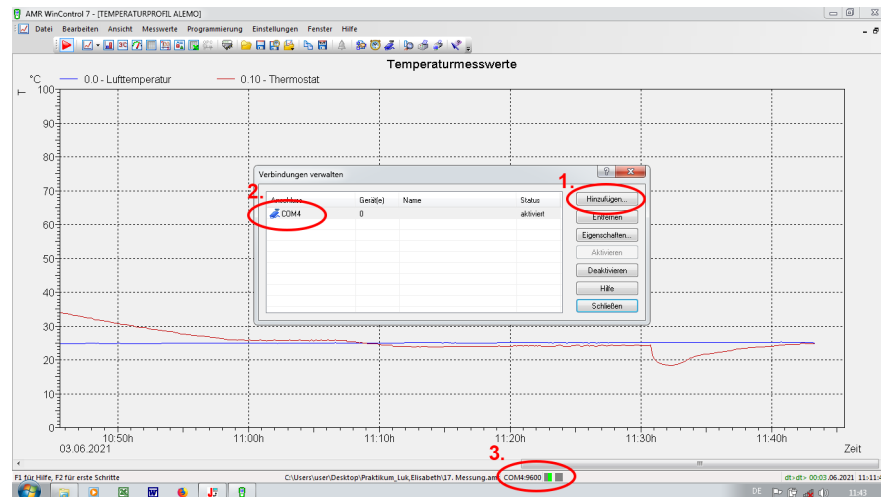


Abb. 6: Einrichten des Präzisionsmessgerätes mit WINCONTROL

Nachdem das Messgerät nun von der Software erkannt wurde, konnten unter **Programmierung** **Messstellen programmieren** **Messstellen** die Messstellen programmiert werden. Über ein Dropdown-Menü ließ sich hier die jeweilige Messstelle auswählen und über die Kommentarfunktion benennen. Als Messbereich wurde passend zum Thermoelementsstecker NiCr ausgewählt (siehe Abb. 7).

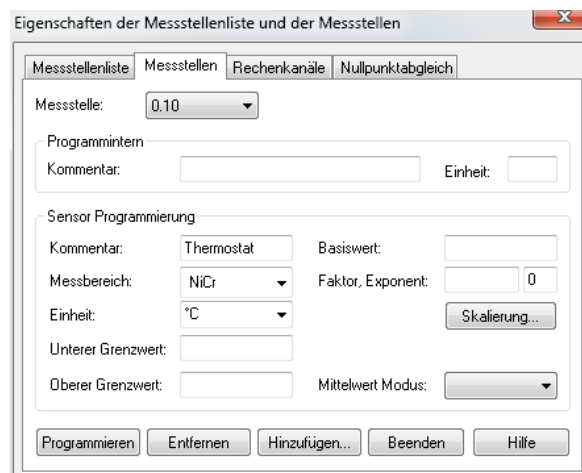


Abb. 7: Programmieren der Messstellen in WINCONTROL

Um im Programm nun Messwerte aufzeichnen lassen zu können muss über **Messwerte** **neues Liniendiagramm** ein neues Liniendiagramm eingerichtet werden. Wie in Abbildung 8 zu ist, öffnete sich ein Fenster in dem sich die jeweiligen Messstellen aktivieren und dazu passende Linienfarben auswählen ließen. Unter dem Punkt **Y-Achsen** wurde zudem eine Y-Achse mit T für Temperatur bezeichnet und das **Gitter** aktiviert.

Danach konnten diese Einstellungen übernommen werden und die Messwertaufnahme mit der Taste **F12** oder dem roten Dreieck gestartet werden.

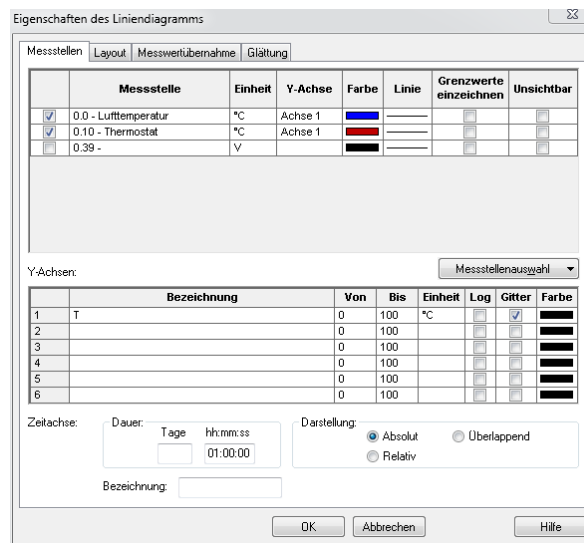


Abb. 8: Einrichten des Liniendiagramms in WINCONTROL

Eine mögliche Messwertaufzeichnung ist in Abb. 9 dargestellt.

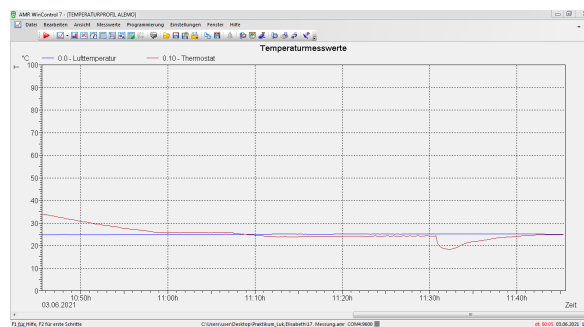


Abb. 9: Beispiel einer Messwertaufnahme in WINCONTROL

Um Messwerte mit WINCONTROL wurde unter **Datei** **Exportieren** **Excel** navigiert, alle Messstellen markiert und über die Schaltfläche **senden** gespeichert.

Zeitmessung der Heiz- und Abkühlvorgänge

Für eine grobe Abschätzung der Dauer der geforderten Prozesse wurden das Aufheizen des leeren Reaktors beginnend bei 25 °C und das Abkühlen von zuvor einzustellenden 80 °C wieder auf 25 °C gemessen. Die 25 °C werden hierbei als Raumtemperatur angenommen. Diese Abschätzungen sollten in der weiteren Versuchsdurchführung dazu dienen, die Temperaturprofile einstellen zu können.

Es erfolgte lediglich eine Messung bei das Thermostat mit einer Solltemperatur gestartet wurde und die Zeitmessung ab einer Temperatur von 25 °C bis zum Erreichen der 80 °C erfolgte. Nachdem die Solltemperatur erreicht wurde, ist diese für eine zeit von mehr als 5 min gehalten worden. Danach wurde die Solltemperatur auf 25 °C eingestellt und es begann die zweite Zeitmessung zusammen mit einem Kühlstrom. Hierzu wurde ein Leitungswassersstrom (23 °C, 55 $\frac{L}{h}$) in das Thermostat eingeleitet, um eine möglichst schnellere Kühlung zu erreichen. Für die Messung des maximalen

Leitungswasserstromes wurden über drei Messreihen eine Zeit gestoppt und das aufgefangene Wasser ausgewogen. In Tabelle 4 sind die gemessenen Zeiten und Aufheizen und Abkühlen aufgeführt und in Tabelle 5 sind die Messwerte für die Bestimmung des maximalen Volumenstroms des Kühlwassers aufgeführt. In Abb. 11 sind alle Vorgänge nochmal für den gesamten Prozess 1 ohne Wasserdampfdestillation in einem Diagramm dargestellt.

Tab. 4: Gemessene Dauer für Aufheiz- und Abkühlvorgänge mit $\delta_{\text{Start}} = 25^\circ\text{C}$

Starttemperatur	Aufheizzeit bis $\delta = 80^\circ\text{C}$	Abkühlzeit von $\delta = 80^\circ\text{C} \rightarrow 25^\circ\text{C}$
25°C	24 min	24 min

Konfigurieren der Temperaturprofile

Anschließend konnten die Temperaturprofile einprogrammiert werden. Im Hauptfenster wurde dafür in **Geräte** **Gerätefenster** **Alle Fenster anzeigen** navigiert und in das Gerätefenster des Thermostates navigiert (vgl. Abb. 3). In diesem Fenster wurde nun in **Gerät** **Profil** **Profil bearbeiten** navigiert und der Profileditor öffnete sich. In diesem Fenster wurde daraufhin ein Temperaturprofil eingestellt, wie in Abb. 10 zusehen ist. Dieses Temperaturprofil wurde übernommen und über **Gerät** **Profil** **Profil anzeigen** auch anzeigen. Über einen Klick auf die Schaltfläche **Standby** konnte das einprogrammierte Profil gestartet werden.

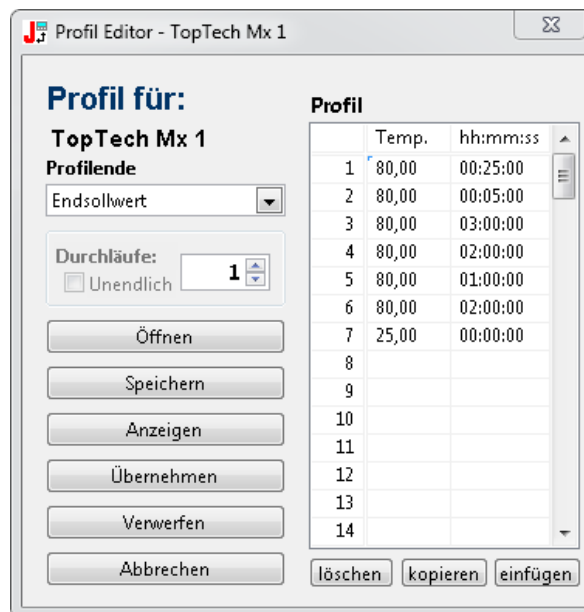


Abb. 10: Profileditor in EASY TEMP

4.3 Dosierung mit Pumpen

5 Ergebnisse

Tab. 5: Messungen für die Bestimmung des Leitungswasserstromes ($\delta_{\text{Kühlwasser}} = 23,2^\circ\text{C}$)

Messreihe	Zeit t [s]	Masse g [g]	Volumen V [mL]	Volumenstrom \dot{V} [$\frac{\text{L}}{\text{h}}$]
1	6,5	103	103,3	57,2
2	10,0	146	146,4	52,7
3	8,0	124	124,3	55,9
Mittelwert	8,2	124	124,6	55,3

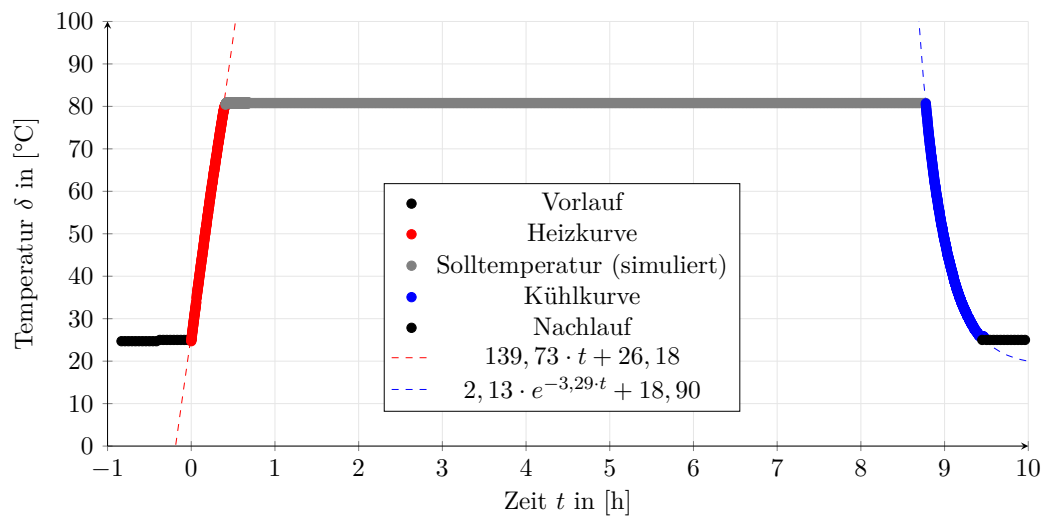


Abb. 11: Temperaturkurve für den vereinfachten Prozess 1 mit simulierten Verlauf der Solltemperatur

6 Diskussion der Ergebnisse

Kleinst nötiger Volumenstrom liegt bei 6,78 ml/h über 5 h !

7 Zusammenfassung und Fazit

Literatur

- [1] HÜNIG, Siegfried: *Arbeitsmethoden in der organischen Chemie: (mit Einführungspraktikum)*. Berlin : Lehmanns Media LOB.de, 2006 <http://www.ioc-praktikum.de/methoden/skript/Arbeitsmethoden.pdf>. – ISBN 3–86541–148–7
- [2] PFM MEDICAL AG: *Infusionssysteme*. Version: 15.06.2021. <https://www.pfmmedical.de/wissen/infusionssysteme/index.html>
- [3] ONLINE-PORTAL FÜR PROFESSIONELL PFLEGENDE: *Infusionen sicher verabreichen*. Version: 06.03.2017. <https://www.bibliomed-pflege.de/sp/artikel/30331-infusionen-sicher-verabreichen>