



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: 14.06.2021

Merseburg den 14.06.2021

Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis	1
Tabellenverzeichnis	1
1 Einleitung und Versuchsziel	2
2 Theoretische Grundlagen	3
2.1 Dosierung mittels Pumpen	3
2.2 Dosierung mittels Tropftrichter oder Tropf	3
2.2.1 medizinischer Tropf	3
2.2.2 Tropftrichter	3
2.3 Temperaturprofile mittels Thermostat	3
3 Geräte und Chemikalien	3
4 Versuchsdurchführung	4
4.1 Einstellen der Temperaturprofile	4
4.2 Messwertaufnahme der Temperaturprofile	8
5 Ergebnisse	8
6 Diskussion der Ergebnisse	9

Abbildungsverzeichnis

1 Skizze der Anforderungen für Prozess 1	2
2 Gerätefenster der EASY TEMP Software zum starten des Thermostates	5
3 Kurvenkonfiguration der EASY TEMP Software	6
4 Beispiel einer Messwertaufnahme in EASY TEMP	6
5 Profileditor in EASY TEMP	8

Tabellenverzeichnis

1 Konfigurationen JULABO Thermostat MW und EASY TEMP-Software .	5
2 Gemessene Dauer für Aufheiz- und Abkühlvorgänge mit $\delta_{\text{Start}} = 25^\circ\text{C}$.	7
3 Gegenüberstellung	8

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 nötig, welche an dieser Stelle nicht näher erläutert werden.

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 Anforderungen an das geforderte System wurden hierfür abstrahiert und vereinfacht. Dabei wird aufgezeigt welche Möglichkeiten in der Umsetzung mit bereits vorhandenen Mitteln an der HOCHSCHULE MERSEBURG bestehen.

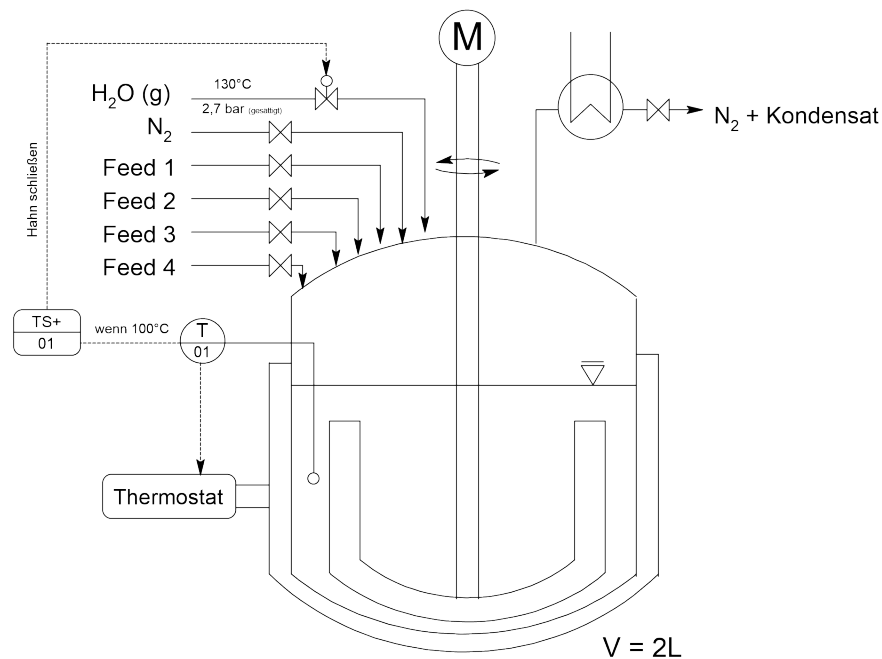


Abb. 1: Skizze der Anforderungen für Prozess 1

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Dosierung mittels Pumpen

Spritzenpumpe

Zahnradpumpe

Schlauch-Peristaltik-Pumpe

Membranmagnetpumpe

2.2 Dosierung mittels Tropftrichter oder Tropf

2.2.1 medizinischer Tropf

2.2.2 Tropftrichter

2.3 Temperaturprofile mittels Thermostat

[Anleitungen verlinken](#)

3 Geräte und Chemikalien

Geräte:

- JULABO Thermostat TopTech MW
- Computer mit JULABO EASY TEMP und WINCONTROL
- PVC-Gewebeschläuche 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



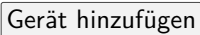
Vorbereitung des Thermostates und des Reaktors

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.

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 1 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 1 für den Computer konfiguriert werden.

Tab. 1: 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 2. 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.

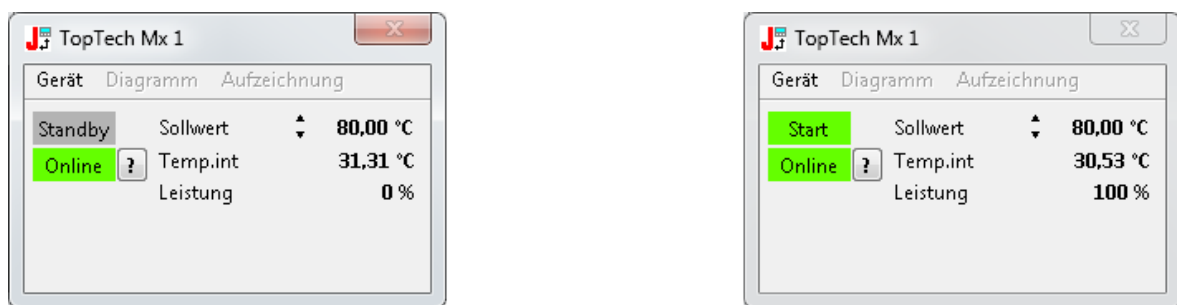


Abb. 2: Gerätefenster der EASY TEMP Software zum starten des Thermostates

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. 3 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. 4).

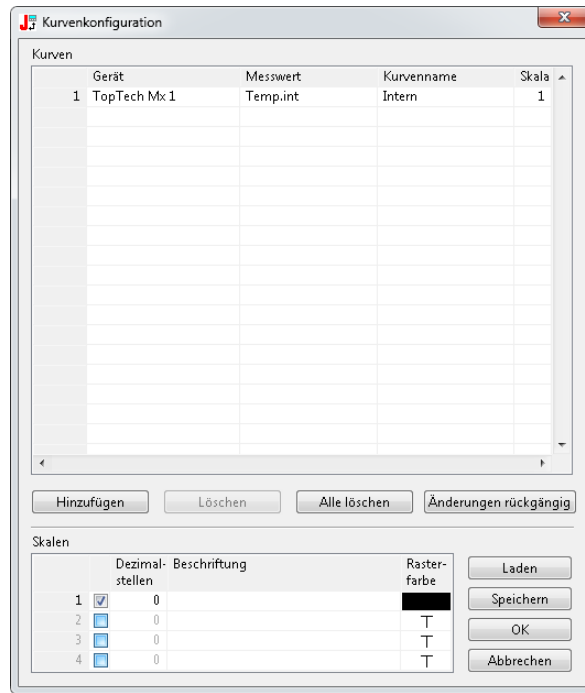


Abb. 3: Kurvenkonfiguration der EASY TEMP Software

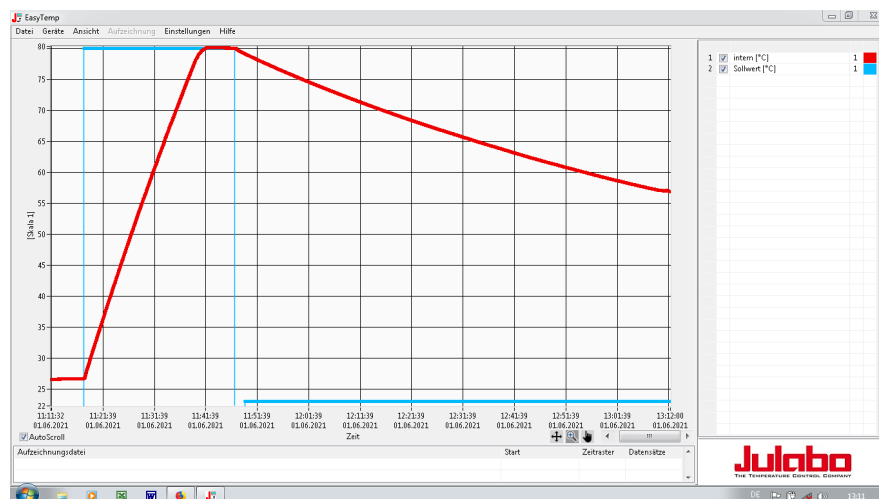


Abb. 4: Beispiel einer Messwertaufnahme in EASY TEMP

Zeitmessung der Heiz- und Abkühlvorgänge

Für eine grobe Abschätzung der Dauer der geforderten Prozesse wurden das Aufheizen des leeren Reaktor 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 erfolgten zwei Messungen an unterschiedlichen Tagen. Beide Messung unterschieden sich lediglich im Abkühlvorgang am Ende des Prozesses. In der ersten Messung wurde das Thermostat mit einer Solltemperatur gestartet und die Zeitmessung erfolgte ab einer Temperatur von 25 °C bis zum Erreichen der 80 °C. 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. In der ersten Messreihe erfolgte der Abkühlvorgang ohne externe Kühlung, daher wurde die Messung der Abkühlzeit nach XXX Minuten mit einem exponentiellem Fitting extrapoliert.

In der zweiten Messung wurde der Aufheizvorgang nach dem selben Vorgehen durchgeführt, nur beim Abkühlvorgang wurde ein Leitungswassersstrom (23 °C, 55 $\frac{\text{L}}{\text{h}}$) in das Thermostat eingeleitet, um eine schnellere Kühlung zu erreichen. In dieser Messung erfolgte keine Extrapolation der Abkühlzeit.

Da für Messreihe 1 mehrere Stunden zum Abkühlen vergangen wären wird an dieser Stelle über ein exponentielles Fitting eine grobe Zeit berechnet. **GRAPH !**

In Tabelle 2 sind die gemessenen und berechneten Zeiten und Aufheizen und Abkühlen aufgeführt und in Tabelle ?? sind die Messwerte für die Bestimmung des maximalen Volumenstroms des Kühlwassers aufgeführt.

Tab. 2: Gemessene Dauer für Aufheiz- und Abkühlvorgänge mit $\delta_{\text{Start}} = 25\text{ °C}$

Messreihe	Aufheizzeit bis $\delta = 80\text{ °C}$	Abkühlzeit bis $\delta = 25\text{ °C}$
MR 1 (ohne Kühlung)		
MR 2 (mit Kühlung)		

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. 2). 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. 5 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.

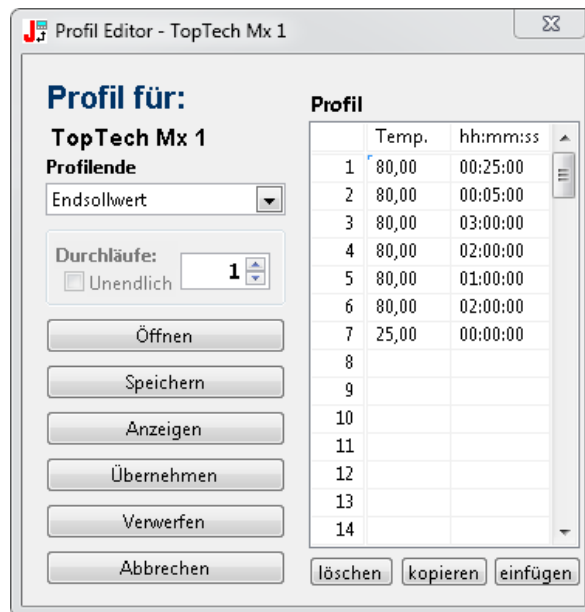


Abb. 5: Profileditor in EASY TEMP

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.

5 Ergebnisse

In Tabelle ?? ist aufgeführt, welche Anforderungen, das System erfüllen müsste laut PSM und welche Anforderungen das abstrahierte Projekt erfüllt.

Tab. 3: Gegenüberstellung

geforder- tes Kriterium	Umsetzung	offene Fragestellung
Ankerrührer	Ankerrührer	Welcher Ankerrührer?
Stickstoffat- mosphäre	nicht erfüllt	-
automati- sche Dosierung	Dosierung mit Zahnradpumpe oder Peristaltikpumpe bei zu hohe Volumenströmen möglich, nicht automatisch	Welche Pumpe? Reicht Tropftrichter ?
Öl-Thermosta	Wasser-Thermostat	
Wasser- dampfde- stillation	nicht erfüllt	Detailfragen sind abzusprechen

6 Diskussion der Ergebnisse

Grundlegend erscheinen die berechneten Raumluftkonzentrationen β als plausibel, da mit sehr kleinen Konzentrationen zu rechnen war. Auch die Tatsache, dass damit der Arbeitsplatzgrenzwert unterschritten ist, erscheint sinnvoll, da keine offensichtliche Emissionsquelle im Praktikum vorbereitet oder ersichtlich gewesen war.

Die Kalibriergerade mit der die Konzentration an NO_2 in der Absorptionslösung bestimmt wurde, hat mit einem Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,9992$ eine ausreichende Genauigkeit. Jedoch ist der Kalibrierbereich zu kritisieren, da alle Messungen der Raumluftprobe unter dem kleinsten Wert der Kalibrierung liegen. Zwar könnte man davon ausgehen, dass der Fehler in der Linearität gering ausfallen könnte, besser wäre jedoch wenn die kleinste Kalibrierlösung unter dem Messwert liegen würde. Da jedoch bereits mit dieser Genauigkeit eindeutig ist, dass der Messwert mit $2,03 \frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3}$ unter dem Arbeitsplatzgrenzwert mit $950 \frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3}$ liegt, wird eine weitere Anpassung des Verfahrens für diesen Verwendungszweck als nicht-sinnvoll erachtet. Ist jedoch eine genauere Messung der NO_2 -Konzentration nötig sollte die Kalibrierung entsprechend der zu erwartenden Messwerte angepasst werden.

Ebenfalls gilt es zu beachten, dass alle Messwerte dem Einfluss Messtoleranzen der genutzten Geräte sowie zufälligen Fehlern unterliegen.