

# Temperieren

## Wie werden Reaktionen optimal temperiert?

Burkhard Kusserow

**D**ie wichtigste Operation der Chemie ist wohl das Temperieren. Was im kleinen Maßstab noch mit Heizplatten temperiert wird, benötigt im größeren Ansatz meist andere Methoden. Bei den Labor- und Technikumsanlagen für Batch- und Semi-Batch-Reaktionen hat sich der Doppelmantelreaktor mit Beheizung durch einen Flüssigkeitsthermostaten als Standard durchgesetzt

Flüssigthermostate sind zum Standardheizgerät für Reaktoren im Labor geworden. Sie sind recht preisgünstig, präzise und problemlos zu betreiben. Die Wärmeübertragung ist gut. Die Aufgabe eines solchen Thermostaten ist es, die Wärmeträgerflüssigkeit einerseits auf eine bestimmte Temperatur zu bringen und dort möglichst exakt zu halten. Andererseits muss er die temperierte Flüssigkeit zum Reaktor fördern, möglichst ohne dabei die Temperatur zu verändern.

### Unterschiedliche Bauarten

Im Handel sind zwei unterschiedliche Thermostattypen: Badthermostate mit Umwälzpumpe für die Versorgung externer Systeme und hochdynamische Umwälzthermostate.

Ein Badthermostat hat ein temperiertes und gerührtes Badgefäß sowie, je nach Modell, eine nach außen fördernde Umwälzpumpe. Das Badgefäß dient auch als Expansionsgefäß für die thermische Ausdehnung der Temperierflüssigkeit.

Ein reiner Umwälzthermostat hat kein temperiertes Bad. Die Flüssigkeit wird ununterbrochen über den Verbraucher umgepumpt, die Wärmetauscher für Heizen und Kühlen sind im Kreislauf verbaut. Das Expansionsvolumen wird von einem nicht temperierten externen Expansionsgefäß aufgenommen.

Für die Praxis sind zwei Aspekte wichtig: Das im Kreislauf befindliche Volumen reiner Umwälzthermostate ist erheblich kleiner als das von Badthermostaten vergleichbar-

er Leistung und die temperierte Flüssigkeit hat keinen direkten Kontakt zur Außenluft. Das macht Umwälzthermostate schneller und schont das Temperiermedium.

### Nötige Leistung und Wärmetransport

Auf den ersten Blick wird bei der Bewertung der Eignung eines Thermostaten oft nur seine Heizleistung betrachtet. Das ist grundfalsch. Probleme liegen eigentlich immer im Wärmetransport, nicht in der Wärmeerzeugung. Die Wärme wird erheblich schneller erzeugt, als sie auf die im Inneren des Reaktors befindliche Flüssigkeit übertragen werden kann. Betrachten wir einmal den Wärmetransport von den Heizstäben eines Thermostaten bis ins Innere des Reaktors.

Als erstes muss die Wärme vom Heizstab auf das Temperierfluid übertragen werden. Sowohl der Heizstab als auch das Tempe-

riermedium haben eine maximale Einsatztemperatur, oberhalb derer sie zerstört werden. Die Leistung muss also bei Problemen mit der Wärmeabfuhr begrenzt werden. Da es technisch kaum möglich ist, die Temperatur des Fluids nahe der Oberfläche des Heizstabs zu messen um das Temperiermedium zu schützen, wird vor allem der Heizstab durch Temperaturbegrenzung geschützt.

Das Öl wird nur erst einmal in einer dünnen Schicht um den Heizstab stark erhitzt. Wärmeleitung in einer stehenden Flüssigkeit ist ein ausgesprochen langsamer Prozess, daher wird das Öl umgepumpt um die Wärme zu verteilen. Die nächste Frage ist die nach der Menge des Temperiermediums. Je mehr, desto langsamer steigt die Temperatur. Daher sind hochdynamische Thermostate mit geringem Innenvolumen auch bei kleinerer Leistung schneller als Badthermostate mit ihrem voluminösen Bad.

### Umwälzung statt Leistung

Als nächstes muss die erhitze Flüssigkeit über Leitungen zum Reaktor und wieder zurück gefördert werden. Resultat ist ein vom Förderstrom, dem Leitungsquerschnitt und der Leitungslänge abhängiger Flusswiderstand. Steht der Reaktor höher als der Thermostat, was meistens der Fall ist, kommt noch ein hydrostatischer Wider-

stand dazu. Diese Widerstände muss die Pumpe überwinden. Die in Thermostaten eingesetzten Umwälzpumpen sind meistens Kreiselpumpen. Deren Förderstrom nimmt mit zunehmendem Förderdruck immer mehr ab. Beim nominellen Maximaldruck ist der Förderstrom dann null.

Ein Beispiel: Ein kleiner Kühlthermostat soll einen Kondensator einer Destillationsanlage versorgen. Die Förderleistung des Thermostaten ist mit maximal 20 L/min. bei maximal 0,2 bar angegeben. Temperiermedium ist Wasser, der Kühler ist in 2 m Höhe montiert.

Steht der Thermostat am Boden, muss er das Kühlwasser in 2 m Höhe heben. 2 m Wassersäule verursachen 0,2 bar Druck -> in 2 m Höhe fließt also kein Wasser mehr, der Thermostat ist für diesen Zweck nicht geeignet. Wenn man ihn aber einen Meter höher stellt, ist er eventuell noch verwendbar.

Zu dem durch den normalerweise höher stehenden Verbraucher erzeugten hydrostatischen Druck kommt noch der Flusswiderstand der zum Verbraucher (dem Reaktor) führenden Leitungen. Wärme kann aber nur dann auf den Verbraucher übertragen werden, wenn eine ausreichende Menge Temperierfluid durch diesen Verbraucher gefördert wird. Daran sieht man, dass kräftige Pumpen sowie möglichst weite Leitungen sinnvoller sind als hohe Heizleistungen.

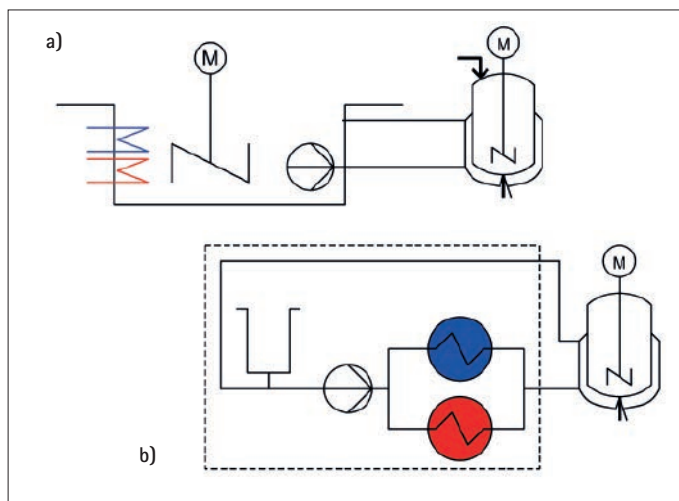
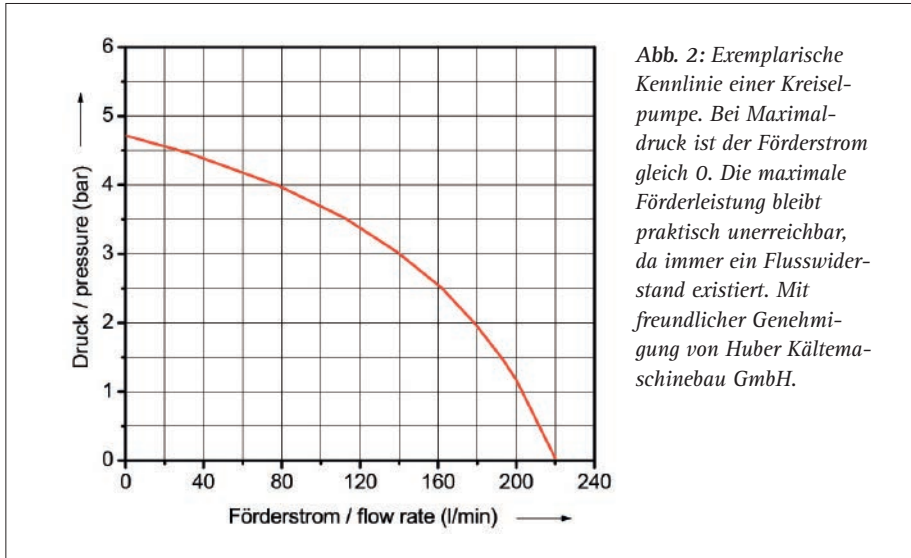


Abb. 1: Prinzip von a) Bad und b) Umwälzthermostat.



## Temperierleitungen

Kunststoffschläuche sind preisgünstig. Durch die glatte Oberfläche haben sie zudem einen geringen Flusswiderstand. Nachteilig ist, dass sie bei tiefen Temperaturen immer steifer und bei hohen immer schlapper werden. Sie rutschen auch gerne von den Anschlüssen ab und sind daher unbedingt mit Schlauchschellen zu sichern. Ein ausgelauener Thermostat mit Temperieröl ergibt eine schwer zu beseitigende Sauerei.

Solider sind Stahlwellschläuche. Sie werden fest verschraubt und verändern ihre Eigenschaften auch bei hohen Temperaturunterschieden kaum. Nachteilig sind ihr höherer Flusswiderstand und der hohe Preis.

Idealerweise isoliert man die Schläuche. Bei sehr hohen und vor allem bei sehr tiefen Temperaturen ist das zwingend, man verschwendet sonst die Leistung des Thermostaten an die Umgebung.

## Anschlüsse am Reaktor

Eine schlecht geplante Fluidführung kann dazu führen, dass das Thermofluid auf dem kürzesten Weg in den Thermostaten zurückläuft und nur ein Teil des Reaktormantels wirklich temperiert wird. Ideal sind eine tangentielle Einleitung von unten und eine eingelegte Leitwendel. Die Leitwendel ist eher bei größeren Reaktoren üblich, kleine Laborreaktoren sind meist mit der tangentialen Einleitung ausreichend gespült.

## Abschätzung der benötigten Leistung

Zur Abschätzung des Wärmebedarfs kann eine einfache Rechnung verwendet werden, die allerdings keine Wärmetransportthem-

mungen berücksichtigt. Sie geht von Wasser als zu temperierendem Medium und Temperierfluid aus.

Als erstes benötigt man die aufzuheizende Menge an Medium, also Reaktorinhalt + Thermostatinnenvolumen + Schlauchvolumen + Mantelvolumen. Die beiden letzten Werte kann man oft nur abschätzen, ich gehe bei einen 2 L Glasreaktor von jeweils 0,5 L aus. Das Ergebnis multipliziert man mit der Wärmekapazität von Wasser (~4,2 kJ/(kg\*K)) sowie der gewünschten Temperaturdifferenz und erhält die nötige Gesamtenergie in kJ.

$$C[\text{kJ}/(\text{kg} \times \text{K})] \times \Delta T[\text{K}] \times M[\text{kg}] = Q [\text{kJ}]$$

Das Ergebnis wird durch die gewünschte Aufheizzeit in Sekunden dividiert:

$$Q[\text{kJ}]/t[\text{s}] = P[\text{kW}]$$

Für einen 2 L Reaktor, einen Badthermostaten von 5 L Innenvolumen von 20 auf 80°C und eine gewünschte Aufheizzeit von 15 min (= 900s) ergibt sich eine nötige Leistung von:

$$(4,2 [\text{kJ}/(\text{kg} \times \text{K})] \times 60[\text{K}] \times (5 + 1 + 2) [\text{kg}])/900[\text{s}] = 2,24 \text{ kW}$$

Berücksichtigt man Wärmetransportthemungen, Wärmeverluste und Reglerverhalten wird klar, dass diese Aufgabe mit den üblichen Leistungen von etwa 2 kW nicht zu bewältigen ist.

Dasselbe gerechnet für einen hochdynamischen Thermostaten mit 0,5 L Innenvolumen ergibt:

$$(4,2 [\text{kJ}/(\text{kg} \times \text{K})] \times 60[\text{K}] \times (0,5 + 1 + 2) [\text{kg}])/900[\text{s}] = 0,98 \text{ kW}$$

Der Vorteil des hochdynamischen Thermostaten kommt also im Wesentlichen dadurch

zustande, dass er weniger Masse aufzuheizen hat.

Die Ergebnisse taugen nur zur Abschätzung, da wie bereits erwähnt, der Wärmetransport ein wichtigerer Faktor als die Leistung ist. Hier gehen wir davon aus, dass bei beiden derselbe Verbraucher vorliegt. Ich rechne für das reale System normalerweise mit einem Aufschlag von 50%.

Will man umgekehrt aus der Thermostatleistung die Aufheizzeit bestimmen, gilt:  $t[\text{s}] = Q[\text{kJ}]/P[\text{kW}]$

P ist dabei die Nominalleistung des Thermostaten. Bei den obigen Beispielen ergeben sich als theoretische Werte 16,8 min und 7,35 min. In der Praxis erreiche ich mit einem gut, aber nicht perfekt eingestellten Regler etwa 25 und 13 Minuten. Der hochdynamische Thermostat hat in diesem Fall nur 1,5 kW (Theor. Aufheizdauer dann 9,8 min!), der Badthermostat 2 kW. Dass der hochdynamische Thermostat in den Praxis damit noch besser als in der Theorie abschneidet, ist im Wesentlichen der höheren Förderleistung seiner Pumpe zu verdanken.

Organische Lösemittel haben eigentlich alle eine geringere Wärmekapazität als Wasser. Daher überschätzt man sich, wenn man von Wasser ausgeht, nur in eine Richtung die nicht wirklich schadet.

## Wärmeträger

Das häufigste Temperierfluid ist Wasser. Es ist preiswert, ungiftig, nicht brennbar und hat eine hohe Wärmekapazität. Nachteil ist der geringe Einsatzbereich, etwa 10...80°C sind realistisch. Darunter droht Eisbildung am Kühler, darüber zu hohe Verdampfung. Der Bereich lässt sich durch Zumischung beispielsweise von Diethylenglycol etwas erweitern. Weiterer Nachteil ist, dass sich gern Algen und Bakterien ansiedeln.

Einen größeren Bereich haben organische Wärmeträger. Gängig sind Silikone, Mineralöle und aromatische Öle. Bei der Auswahl eines geeigneten Fluids sind zu beachten:

- Temperaturbereich, kann sich für Bad- und Umwälzthermostate unterscheiden
- Viskosität, die Pumpen haben ihre Grenzen
- Gefahren, vor allem durch Entflammbarkeit. Crackprodukte durch Überhitzung und Oxidation in offenen Bädern können den Flammpunkt erheblich absenken

Weiter zu berücksichtigen ist das notwendige Expansionsvolumen. Wenn eine Flüssigkeit erwärmt wird, dehnt sie sich aus, und dieses zusätzliche Volumen muss irgendwo hin. Damit das „Irgendwo“ nicht der Boden Ihres Labors ist, muss der Thermostat dieses zusätzliche Volumen aufnehmen können. Das kann,

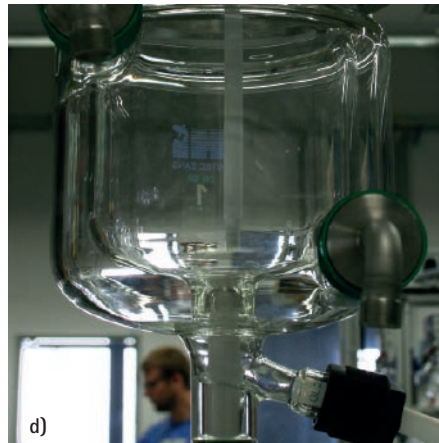
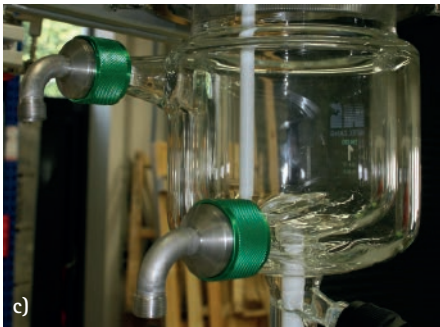
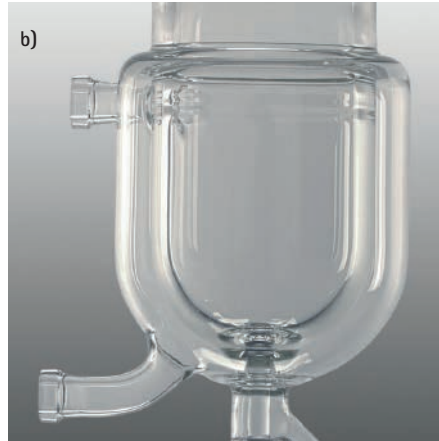


Abb. 3: Verschiedene Einleitungen von Temperierfluid. a und noch mehr b haben ungespülte Bereiche. c und d mit tangentialer Zu- und Ableitung.

je nach Fluid, zwischen 0 und 100°C gut 30% des Anfangsvolumens sein. Den genauen Ausdehnungskoeffizienten Ihres Wärmeträgers können Sie vom Hersteller erfragen.

### Thermostate mit Kühlung heizen schneller

Das klingt auf den ersten Blick widersinnig. Es stimmt aber. Stellen Sie sich vor, Sie wollen einen Reaktor aufheizen. Um eine Temperatur von  $X^{\circ}\text{C}$  zu erreichen, muss die Thermostattemperatur  $X + Y^{\circ}\text{C}$  betragen. Steigt die Innentemperatur auf  $X^{\circ}\text{C}$ , darf aber der Thermostat nicht mehr wärmer sein, sonst überheizt er. Wenn Sie den Thermostaten kühlen können, kann Ihr  $Y$  größer sein und länger anstehen als bei einem ungekühlten, der seine Übertemperatur nur über die Oberfläche loswerden kann.

Kühlen kann man den Thermostaten mittels Durchleiten von Kühlwasser durch eine Kühlschlange oder einen Plattenwärmetauscher. Das ist eine einfache, aber auf Dauer teure Methode. Preisgünstiger, nicht

in der Beschaffung aber im Betrieb, sind Kältemaschinen. Auch Kältemaschinen müssen ihre Wärme loswerden. Man hat die Wahl zwischen luft- und wassergekühlten Kältemaschinen. Ich bevorzuge Wasserkühlung. Luftgekühlte Kältemaschinen benötigen ungestörte Luftzu- und abfuhr, Sie können sie also nicht in eine Wandnische stopfen und hoffen, dass sie dann korrekt arbeiten. Ich hatte in meiner Praxis einen Fall, in dem ein Anwender vier luftgekühlte Thermostate hintereinander aufstellte. Der erste arbeitete einwandfrei – und blies seine warme Abluft dem zweiten als Kühlluft zu. Der Kunde beklagte sich, von den vier gelieferten Thermostaten seien drei defekt. Eine Neupositionierung nebeneinander erledigte den Fall. Luftgekühlte Modelle sind außerdem ziemlich laut.

### KONTAKT |

Burkhard Kusserow  
HiTec – Zang GmbH  
Herzogenrath  
Burkhard.Kusserow@hitec-zang.de