

# Exakte **Temperierung** für Synthese und Kristallisation

Für viele Synthesen oder Kristallisationen in der chemischen oder pharmazeutischen Industrie ist ein genau definierter Temperaturbereich entscheidend für eine effiziente Reaktion.

Lauda bietet Thermostate, die sowohl im Tiefkälte- als auch im oberen Temperaturbereich zuverlässig und mit hoher Kälte- und Heizleistung die optimale Reaktionstemperatur sichern.

MICHAEL SEIPEL\* UND WERNER LANGE\*

Fortschritte in der Katalysator-technologie vereinfachen Syntheseverfahren in der chemischen und pharmazeutischen Industrie deutlich. Eine Vielzahl von Reaktionen oder Kristallisationen in der Feinchemie finden heute bei vergleichsweise niedrigen Temperaturen statt. Dies gilt auch für den Produktionsmaßstab. Der entscheidende Vorteil besteht in der hohen Selektivität der entstehenden Reaktionsprodukte. Bei tiefen Temperaturen fallen deutlich weniger Nebenprodukte an – die Ausbeute an Reinsubstanz steigt. Durch die Wahl des geeigneten Temperaturbereichs wird es möglich, die Qualität und Quantität der Synthesen gegenüber konventionellen Verfahren deutlich zu optimieren. So lassen sich Effizienzen steigern und Kosten einsparen. Moderne Prozesstechnik ermöglicht auch komplexe Synthesen von besonders temperatursensitiven Produkten bei exo- oder endothermen Reaktionsschritten. Voraussetzung hierfür ist die dynamische Temperaturführung. Vorgegebene Zieltemperaturen sind während der gesamten Reaktion präzise einzuhalten, um das Produkt zu schonen. Bei der Kristallisation von Reinsubstanzen beispielsweise sorgen genau vorgegebene Abkühlraten für eine maximale Produktausbeute und hohe Qualität (s. Abb. 2).

\*Dr. M. Seipel und W. Lange, Lauda Dr. R. Wobser GmbH & Co. KG, 97912 Lauda-Königshofen, Tel. +49 (0) 93 43 / 5 03 - 2 73



1 Für Einsatzbereiche bis  $-90^{\circ}\text{C}$ : Der Lauda Prozessthermostat Integral XT 1590 W mit 20 Liter Dreifachmantel-Glasreaktor.

## Das passende Thermostatenkonzept

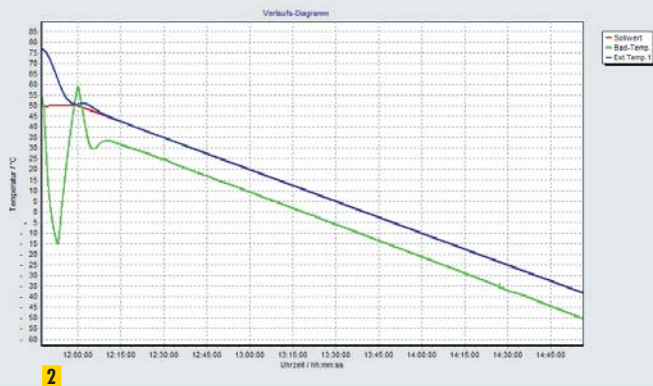
Für anspruchsvolle chemische Verfahrensprozesse ist auch die Qualität des Thermostaten von entscheidender Bedeutung. Für den Tiefkältebereich bis  $-90^{\circ}\text{C}$  bietet Lauda den neuen Modelltyp Integral XT 1590 W (s. Abb. 1). Der wassergekühlte Thermostat verfügt noch bei Temperaturen von  $-60^{\circ}\text{C}$  über eine thermische Kälteleistung von 3,7 kW. Im oberen Temperaturbereich erreicht der Thermostat bis zu  $200^{\circ}\text{C}$ . Für Anwender mit niedrigerem Leistungsbedarf wird in Kürze ein kleineres Modell in der Klasse  $-90^{\circ}\text{C}$  eingeführt: der wassergekühlte Thermostat XT 490 W mit einer Kälteleistung von 4 kW (bei  $20^{\circ}\text{C}$ ).

Darüber hinaus zeichnen sich die Prozessthermostate Integral XT neben ihrer Kälte- bzw. Heizleistung auch durch das sehr gute thermische Regelverhalten per Selbstadaptation aus. Die adaptive Regelung erkennt während des automatischen Ablaufs eines Testprogramms selbständig die

für die Applikation optimalen Regelparameter.

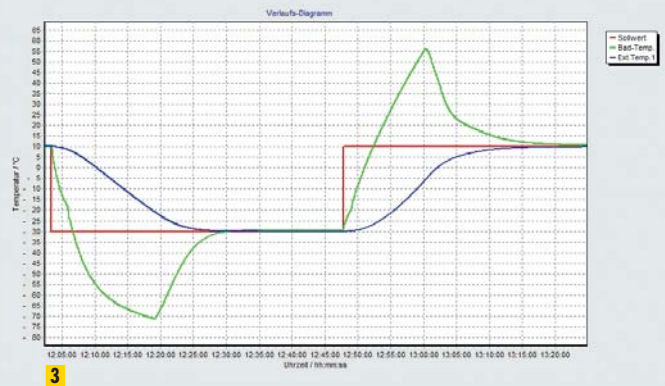
## Schnelle Temperaturkompensation

Um qualitativ hochwertige Reaktionsprodukte zu erzeugen, müssen Thermostate den Prozessverlauf in einem externen Reaktor sicher kontrollieren – das gilt insbesondere auch für stark exo- und endotherme Reaktionen. Hohe Leistungsreserven sind aber in der Prozesstechnik nur ein wichtiger Aspekt. Der andere, ebenso relevante Faktor, ist die Langzeitzuverlässigkeit – gerade auch bei Routineanwendungen im tiefen Temperaturbereich. Nur unter konstanten Arbeitsbedingungen sind Verfahrenssimulationen und nachfolgende Synthesen reproduzierbar und erlauben verlässliche Aussagen für das Scale-up zum Produktionsmaßstab. Als das Herzstück des Integral XT 1590 W bietet Lauda eine robuste und präzise geregelte Kältemaschine mit zweistufigem Kaskadensystem. Die ers-



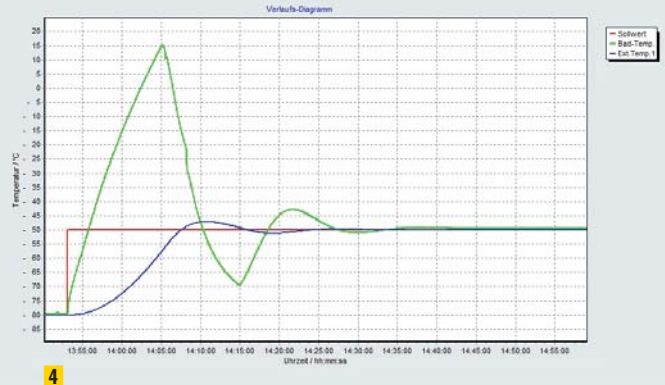
2

**2 Konstante Abkühlung:** Die vorgegebene Rampe von 0,5 K/min wird über einen Zeitraum von drei Stunden präzise eingehalten.



3

**3 Einregelverhalten bei moderaten Temperatursprüngen:** Temperaturverlauf im Reaktor (blaue Linie) bei Sollwert-Absenkung bzw. Erhöhung um 40 °C.



4

**4 Simulation einer stark exothermen Reaktion anhand eines Temperatursprungs von -80 auf -50 °C.** Die Einregelung erfolgt sehr schnell, die kurzzeitigen minimalen Abweichungen vom Zielwert liegen im Toleranzbereich.

te Stufe der Kaskade dient dabei nicht nur zur Kühlung der zweiten, sondern wird bereits zur Prozesskühlung verwendet. Die Abkühlung startet also nicht erst nach Zuschaltung der zweiten Stufe, sondern sofort, und die Abkühlung wird somit beschleunigt. Auch die entsprechenden Leistungskennlinien für das Einregelverhalten bei definierten Temperatursprüngen verdeutlichen die Leistungsfähigkeit des Prozessthermostaten (s. Abb. 3 und 4).

### Leistung und Sicherheit

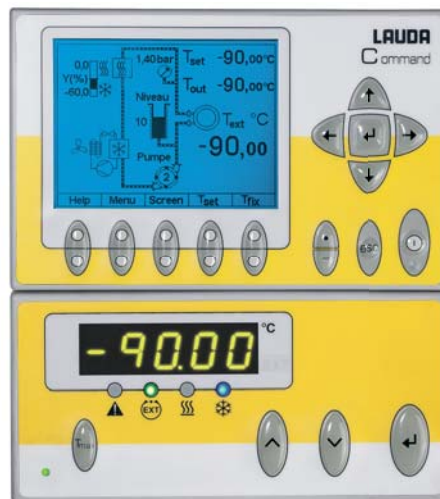
Zahlreiche Zusatzfunktionen der Gerätelinie Integral XT machen den Temperierprozess sicher. Der Selfcheck-Assistent erkennt automatisch Fehler und zeigt diese auf dem Display an. Neben wichtigen Grundfunktionen wie Übertemperatur-, Pumpenüberlast-, Unter- und Überniveauschutz verfügen die Prozessthermostate über ein Durchflussüberwachungssystem. Dies ist wichtig, um ein Einfrieren oder Überhitzen des Temperierkreises zu verhindern. Die Variopumpe ist in ihrer Klasse die druckstärkste. Die Kraftübertragung zwischen Motor und Pumpe erfolgt magnetisch. Hierdurch entsteht ein hermetisch geschlossenes, dauerhaft dichtes Vorlaufsystem. Die Pumpenleistung lässt sich in acht Stufen variieren und individuellen Erfordernissen anpassen. Das ermöglicht die optimale Durchströmung unterschied-

lichster Verbraucher – auch bei räumlich getrennter Versuchsanordnung mit langen Leitungswegen. Alternativ zur Regelung der Leistung der Pumpe, ist auch ein Betrieb mit Druckregelung möglich. Das thermisch aktive Wärmeträgermedium kommt im Integral XT nicht direkt mit der Umgebungsluft in Kontakt. Für den Volumenausgleich bei Temperaturänderungen sorgt ein thermisch entkoppeltes Ausdehnungsgefäß. Bei tiefen Temperaturen wird so das

Einkondensieren von Luftfeuchtigkeit minimiert, ebenso wie die Geruchsbelästigung bei hohen Temperaturen. Geringe Verdampfung und Oxidation gewährleisten lange Standzeiten der Temperierflüssigkeit.

### Bedienkomfort und Datenmanagement

Das hochauflösende Grafikdisplay der Command-Konsole ermöglicht die übersichtliche, logisch strukturierte Dateneingabe und das Online-Monitoring der wichtigsten Prozessparameter (s. Abb. 5). Bei Bedarf ist das gesamte Bedienpanel auch abnehmbar und als Fernbedienung einzusetzen. Der Anschluss an bestehende Netzwerke mittels verschiedener Schnittstellenmodule ist möglich. Neben der serienmäßig in der Bedienkonsole vorhandenen RS-232/485-Schnittstelle ist auch ein Anschluss für einen Pt-100-Fühler standardmäßig vorhanden. Weiterhin können zwei weitere Module per Plug and Play eingebaut werden. Als Schnittstellenmodule sind verfügbar: Ein Profibusmodul zur Einbindung in ein Profibus-Netzwerk mit bis zu 126 Geräten, zwei Kontaktmodule (SUB-D oder NAMUR), sowie ein Analogmodul. LP



**5 Die Command Console mit Grafik-LCD für komfortable Bedienung und optimale Prozesskontrolle.**

laborpraxis.de  
Zusätzliche Informationen unter [www.laborpraxis.de](http://www.laborpraxis.de)  
InfoClick 279396