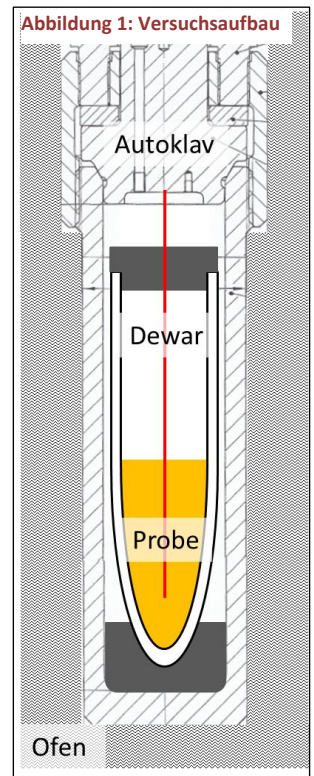




## Thermische Risiken: Erkennen, bewerten, beherrschen...

### Teil II: Hilfe, meine Prozesstemperatur überschreitet die Grenztemperatur

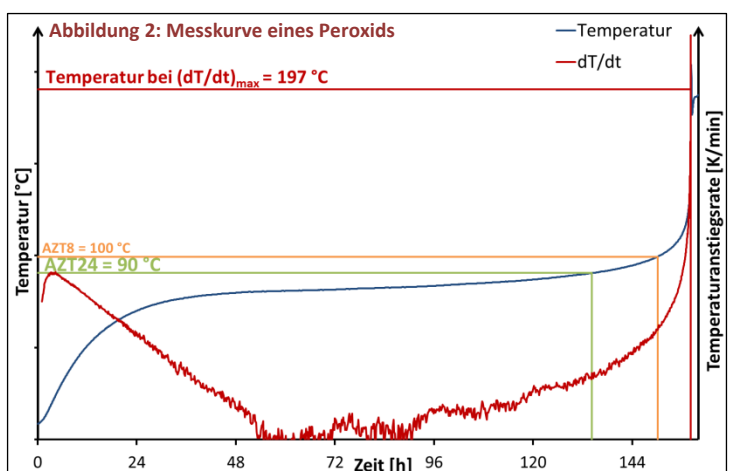
In unserem letzten consiLetter haben wir gezeigt, wie man bereits in einem frühen Stadium der Produkt- oder Prozessentwicklung eine Grenztemperatur der sicheren Handhabung in einem Screening-Test im DSC mit kleinstmengen an Substanz erhält. In einigen Fällen liegt die mit der DSC bestimmte Grenztemperatur allerdings sehr niedrig und deutlich unter der gewünschten Prozesstemperatur. Weil die Änderung des Prozesses häufig nur sehr schwierig möglich ist, empfehlen wir in diesen Fällen weitergehende Untersuchungen der thermischen Stabilität. Eine dieser weiterführenden Untersuchungen ist der adiabate Druckwärmestauversuch. Hierbei werden etwa 100 g der Substanz in einem verspiegelten, evakuierten Doppelmantelgefäß (Dewar) eingewogen. Dieser Dewar wird anschließend in einen Druckautoklaven aus Edelstahl eingebaut, welcher für die Dauer des Versuches in einem massiven Alublockofen gelagert wird, Abbildung 1. Dieser Aufbau ermöglicht, dass es zu keinem Wärme- oder Stoffaustausch mit der Umgebung kommt („adiabate Bedingungen“). Um den realen Prozess möglichst gut nachzustellen, ist ein Rühren oder Dosieren von weiteren Komponenten möglich. Zusätzlich zur Temperatur in der Probe wird auch der Druck im Gasraum des Autoklaven gemessen.



Mit einer solchen adiabaten Messung wird nicht nur der ungünstigste Fall einer Störung, der Ausfall der Kühlung, simuliert, auch der adiabatische Temperaturanstieg ( $\Delta T_{ad}$ ) kann aus der Untersuchung abgeleitet werden. Der adiabatische Temperaturanstieg gibt die Temperaturdifferenz an, um die sich die Probe erwärmen kann und dies unabhängig von Volumen oder Masse der Probe. Eine weitere für den thermisch sicheren Betrieb eines Prozesses interessante Größe, die ebenfalls aus den Messdaten erhalten wird, ist die adiabatische Induktionszeit ( $TMR_{ad}$ ). Diese gibt die Zeitspanne an, innerhalb der, unter adiabaten Bedingungen, das Maximum der Temperaturanstiegsrate erreicht wird.

Die Adiabatische Zersetzungstemperatur für 24 Stunden (AZT24) beschreibt die Temperatur, bei der der Prozess unter adiabaten Bedingungen 24 Stunden benötigt, um das Maximum der Temperaturanstiegsrate zu erreichen. Entsprechend der TRAS 410 (Technische Regel für Anlagensicherheit) wird die Grenztemperatur der sicheren Handhabung ( $T_{exo}$ ) 10 K unter der AZT24 gewählt.

Abbildung 2 zeigt beispielhaft den Temperaturverlauf (blau), sowie die Temperaturanstiegsrate (rot) aus einem Versuch mit einem Peroxid. Zunächst wird der Temperaturgleich an die eingestellte Ofentemperatur beobachtet. Im weiteren Verlauf ist dann ein zunächst schleichender Temperaturanstieg zu sehen. Durch die adiabate Versuchsführung kann die produzierte Wärme nicht abgeführt werden und das Produkt erwärmt sich weiter und geht schließlich in einen exponentiell verlaufenden Temperaturanstieg über. Die maximale Temperaturanstiegsrate wird bei einer Temperatur von 197 °C detektiert. Geht man von diesem Zeitpunkt aus 24 Stunden zurück, erhält man die AZT24. Diese beträgt für die Zersetzung des Peroxides 90 °C. Die  $T_{exo}$  ergibt sich also abzüglich des Sicherheitsabschlages von 10 K zu 80 °C. Somit kann das Peroxid bis zur Temperatur von 80 °C sicher gehandhabt werden.



Die beobachtete adiabate Zersetzung des Peroxides führt nicht nur zu einem adiabaten Temperaturanstieg auf etwa 210 °C, sondern wird auch von einem Druckaufbau begleitet. In der nächsten Ausgabe des consiLetters zeigen wir Ihnen, was Sie tun können, wenn der aus einem adiabaten Versuch ermittelte Druckaufbau die Auslegungsgrenzen der Anlage überschreitet.