

GIT LABOR- FACHZEITSCHRIFT

S O N D E R D R U C K

© GIT VERLAG GMBH
Röblerstr. 90
D-64293 Darmstadt
GIT Labor-Fachzeitschrift
44 (2000) 763–765

DIPL.-ING. HOLGER REIF
DIPL.-ING. HAJO RISTO

Frost ohne Frust

GIT VERLAG
A Wiley Company

Frost ohne Frust



Holger Reif



Hajo Risto

Wer biologische Prozesse stoppen will, muss kühlen. Je länger Kühlgut eingelagert werden soll, um so tiefer ist die Temperatur zu wählen. Bei Lagerzeiten von Wochen oder Monaten genügen Tiefkühlschränke. Die Lagertemperaturen zwischen -40 bis -80 °C werden mit Kälteaggregaten erzeugt. Soll eine Langzeitlagerung erfolgen, wird als Kühlmedium Stickstoff-flüssig gewählt. Über den sicheren Umgang mit Stickstoff-flüssig beim Kühlen von biologischem Material berichtet der Artikel. Es werden Sicherheitsmaßnahmen, Auslegungsdaten und technische Ausrüstungen beschrieben.

Welche Eigenschaften hat der flüssige Stickstoff?

Kaum ein 100% reines Naturprodukt wird so subjektiv eingeschätzt wie Stickstoff. Suggestiert manchem schon der Name „Stickstoff“ Atembeklemmung, gehen andere mit ihm unbefangen bis leichtsinnig um. Leider sind deshalb auch immer wieder Unfälle zu beklagen, manche sogar mit Todesfolge.

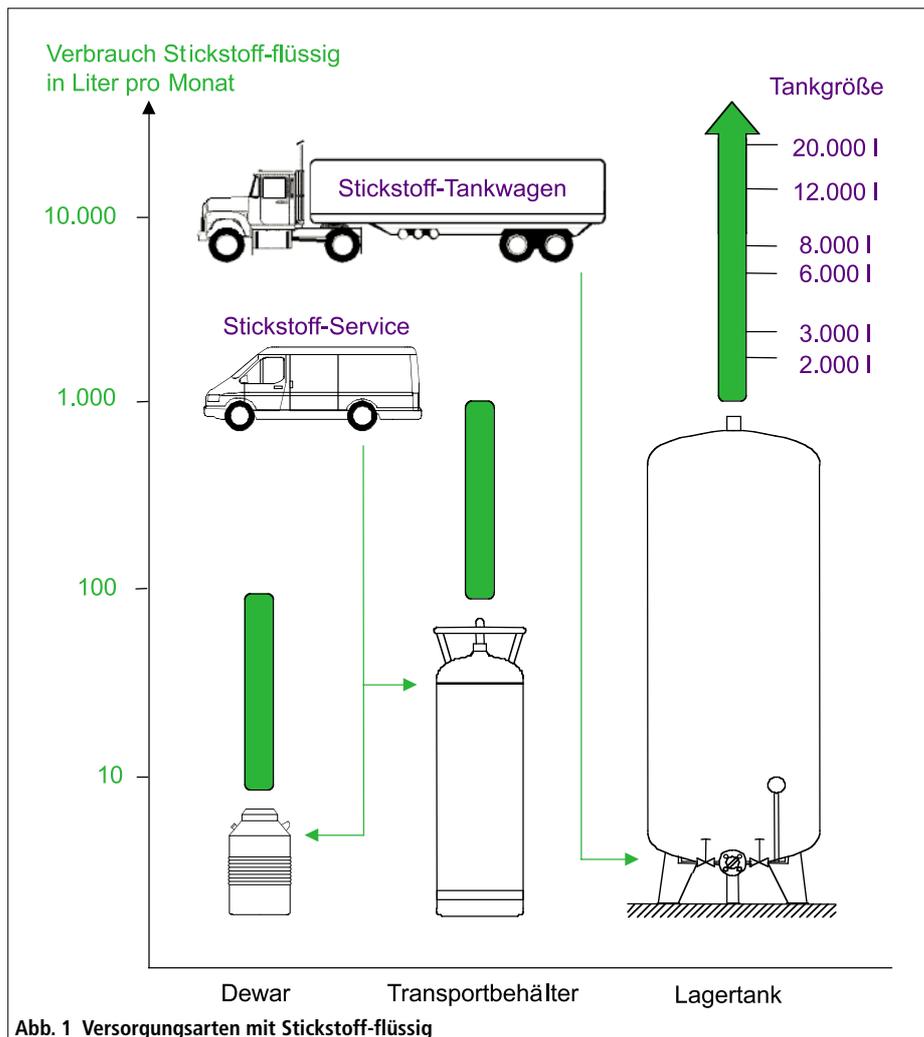
– Stickstoff ist inert!

Unsere Atemluft besteht zu 78 Vol.-% aus Stickstoff. Er ist geruchlos, farblos und beteiligt sich nicht an chemischen Reaktionen. Die Gefahr von Stickstoff besteht darin, dass er in geschlossenen Räumen den Sauerstoffanteil verdrängt. Da der Atemreflex des Menschen nicht auf Sauerstoffmangel sondern auf Anreicherung von Kohlendioxid reagiert, erhalten wir keine Warnsignale. Bewusstseinsstrübung und der Erstickungstod gehen unbemerkt ineinander über. Die sicherheitstechnische Projektierung und die fachgerechte Ausführung der Versorgungsanlage sind deshalb die Voraussetzung für den gefahrlosen Umgang mit Stickstoff.

– Stickstoff ist kalt!

Die Kälteenergie steckt zur Hälfte in der Verdampfungswärme, die beim Übergang von der Flüssigphase in die Gasphase frei wird. Die restliche Energie ist als sensitive Kälte im Stickstoffgas gespeichert.

Bei einer Siedetemperatur von -196 °C ist die Erfrierungsgefahr beim Umfüllen und Hantieren mit eingelagerten Proben jedem klar. Manchmal wird die Gefahr aber unterschätzt, da die Haut durch eine Dampfschicht kurzzeitig geschützt wird. Sinkt die Temperatur an



Keywords

Flüssiger Stickstoff, Kühlen, Sicherheit

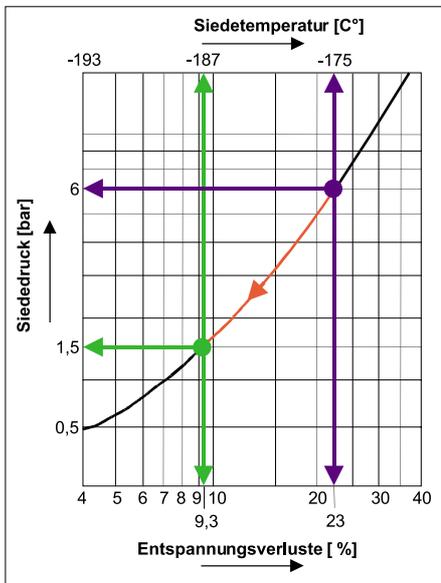


Abb. 2: Entspannungsverluste

der Hautoberfläche aber unter 0°C, friert diese an kalten Gegenständen fest und kann nur mit warmen Wasser aufgetaut und gelöst werden. Gewebeschädigungen ähnlich wie bei Verbrennungen sind die Folge. Besonders gefährdet sind die Augen. Bitte tragen Sie beim Umgang mit Stickstoff-flüssig immer Hand- und Gesichtsschutz!

Welche Versorgungsarten mit Stickstoff-flüssig gibt es?

Die Versorgungsart und die notwendige Ausrüstung hängen von der Menge an Lagergut und damit von der benötigten Stickstoffmenge ab. Der Stickstoffverbrauch wird neben der Lagerkapazität, wesentlich von der Entnahme- und Einkühlhäufigkeit bestimmt.

Das biologische Kühlgut wird in hochwertig isolierten Behältern eingelagert. Um einen leichten Zugriff zu ermöglichen, werden die Proben in Einordnungssystemen untergebracht. Bei kleinen Mengen erfolgt die Lagerung in drucklosen Dewars und ab einigen tausend Proben in Gefrierbehältern. Stickstoff-flüssig wird jeweils bis zu einem vorgegebenen Level eingefüllt, verdampft dort und hält die Lagertemperatur konstant. Das Einlagern ist sowohl in der Gasphase bei ca. -120°C, als auch in der Flüssigphase bei -196°C möglich.

Stickstoffverbräuche bis 1.000 Liter pro Monat werden vom Stickstoff-Service versorgt, den der Gaslieferant organisiert. Abb. 1 zeigt die verschiedenen Versorgungsarten mit Stickstoff-flüssig. Dewars werden direkt am Lieferfahrzeug befüllt, aber auch Transportbehälter, die im Laborbereich die Gefrierbehälter versorgen.

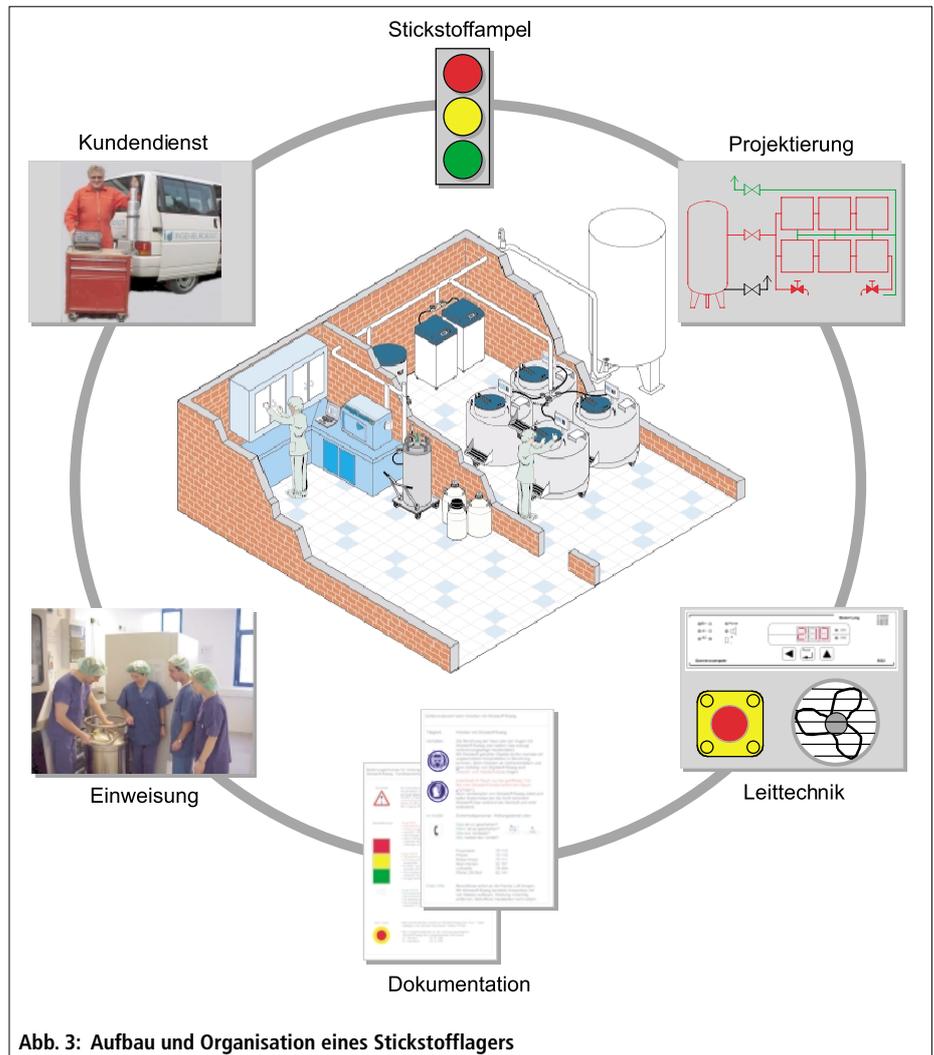


Abb. 3: Aufbau und Organisation eines Stickstofflagers

Ab einer Abnahmemenge von 1.000 Liter Stickstoff-flüssig pro Monat sollte ein stationärer Lagertank aufgestellt werden und das Befüllen von Stickstoff-Tankwagen erfolgen. Der Handhabungsaufwand und die Kosten werden drastisch reduziert und der Sicherheitsstandard kann wesentlich verbessert werden. Die Tankgröße hängt von der Verbrauchsmenge an Stickstoff-flüssig pro Monat ab und kann dem Diagramm entnommen werden.

Um eine wirtschaftliche Stickstoffversorgung sicherzustellen, sollte der Druck im Lagertank möglichst konstant auf 1,5 bar gehalten werden. Hieraus ergibt sich nach Abb. 2 eine Siedetemperatur von -187°C, wodurch physikalisch bedingt Entspannungsverluste von 9,3% entstehen. Arbeitet man jedoch mit dem normalen Speicherdruck von 6 bar, kann sich nur eine Siedetemperatur von -175°C einstellen und die Entspannungsverluste steigen auf 23%.

Wie ist ein Stickstofflager aufgebaut?

Abb. 3 zeigt den Aufbau und Organisation eines Stickstofflagers. Das Stickstofflager mit stationärer Tankversorgung

besteht aus Gefrierbehältern, einem Befüllstand für Transportbehälter, und einem Befüllstand für Dewars. Eine Leitung verbindet den Tank und die Entnahmestellen. Das Befüllen der Gefrierbehälter und die Überwachung erfolgen automatisch.

Da beim Verdampfen des Stickstoffes im Arbeitsbereich der Sauerstoff in der Atemluft verdrängt wird, muss der Raum belüftet werden. Wir unterscheiden dabei zwei Betriebszustände für die Lüftung. Um die permanente Verdampfung des flüssigen Stickstoffes in den Lagerbehältern auszugleichen werden die Verdampfungsverluste rechnerisch erfasst und die Dauerbelüftung ausgelegt. Im Normalbetrieb soll die Sauerstoffkonzentration nicht unter 19 Vol.-% fallen. Sinkt zum Beispiel beim Einkühlen von Proben oder Befüllen eines Dewars die Sauerstoffkonzentration tiefer, wird eine Zusatzlüftung eingeschaltet. Sie ist so bemessen, dass innerhalb von 5 Minuten die Sauerstoffkonzentration wieder den Normalwert aufweist. Sinkt die Konzentration längere Zeit unter 18 Vol.-%, so liegt ein nicht definierter Betriebszustand vor. Es wird Alarm gegeben und die Stickstoffzufuhr

wird abgeschaltet. Bei einer Sauerstoffkonzentration von 18 Vol.-% besteht noch keine Gefahr für das Bedienungspersonal. Der Fehler kann behoben und der Alarm quittiert werden.

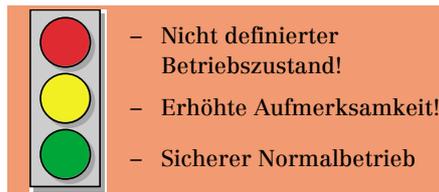
Um in verschiedenen Laborbereichen Kannen befüllen oder Einfriergeräte versorgen zu können, müssen Transportbehälter betankt werden. Es handelt sich dabei um hochwertig isolierte Druckbehälter (1,5 bar) mit einem Inhalt um die 200 Liter. Beim Einkühlen dieser Behälter würden große Mengen an Stickstoffgas in den Raum eintreten. Die Lüftungsanlage müßte sehr groß dimensioniert werden. Besser ist es, das beim Befüllen expandierende Stickstoffgas über eine Abgasleitung direkt ins Freie zu leiten.

In den meisten Stickstofflagern muss ein Befüllstand für Kannen vorgesehen werden. Stickstoff-flüssig in Kleinmengen für den Laborbereich, sowie kleine Lagerbehälter können hier versorgt werden. Diese Verteilerstelle ist mit den größten sicherheitstechnischen Unwägbarkeiten verbunden. Unfälle treten zu meist hier auf. Deshalb muss sich das eingewiesene Bedienungspersonal mit einer Tastenkombination am Codeschloß zum Abfüllen legitimieren und kann für einen begrenzten Zeitraum die Stickstoffzufuhr freischalten. Um sicherzustellen, dass der Befüllvorgang die ganze Zeit beaufsichtigt wird, sind Bewegungs-

sensoren installiert. Verlässt der Bediener den Raum oder wird dieser ohnmächtig, wird die Stickstoffzufuhr automatisch unterbrochen.

Wie ist ein Stickstofflager organisiert

Die Stickstoffampel gibt übersichtlich Auskunft über den Sicherheitsstatus des Stickstofflagers:



Jedes Stickstofflager ist ein Unikat. Der erste Schritt ist die Bedarfsanalyse in Zusammenarbeit mit dem Betreiber. Die verfahrens- und sicherheitstechnischen Anforderungen müssen in einer individuellen Projektierung zusammengefasst werden. Sie ist die Grundlage für die sichere Auslegung und fachgerechte Installation der Anlage.

Damit die Anlage optimiert und an veränderte Betriebsparameter angepasst werden kann, ist die Leittechnik als Speicherprogrammierbare Steuerung ausgeführt. Die Grenzwerte vom Sauerstoffanalysator können individuell mit der Lüftersteuerung verknüpft werden. Für die Stickstoffentnahme werden Zeitfenster

definiert. Benutzercodes regeln die Kompetenzen in der Bedienung der Anlage. Alarmer können an die Gebäudeleittechnik weitergeleitet werden und dienen als Grundlage für das Notfallmanagement. In der technischen Dokumentation sind die anlagenspezifischen Informationen zusammengefasst und geben den aktuellen Stand wieder. Das Bedienungspersonal findet hier Antworten auf technische Fragen. Warnschilder und Hinweistafeln verdeutlichen kurz und knapp die zum Betrieb der Anlage notwendigen Fakten.

Einweisungen garantieren den fachgerechten Umgang mit der Anlage durch das Bedienungspersonal. Nur so kann die Leistungsfähigkeit der Anlage und der sicherheitstechnische Schutz voll genutzt werden.

Der kompetente Kundendienst stellt die Funktionsfähigkeit der Anlagenkomponenten sicher. Jährlich sollte eine Komplettübersicht mit Tausch der Sensoren für den Sauerstoffanalysator vorgenommen werden.

Die Autoren

Dipl.-Ing. Holger Reif, Dipl.-Ing. Hajo Risto

Ingenieurdienst Risto

Mählsweg 14, 24159 Kiel

Fon 0431-36-3690, Fax 0431-36-3695

E-Mail Info@ingenieurdienst.de

Internet www.ingenieurdienst.de

■