

## Cryolagerbehälter

### Sinn und Unsinn von Temperaturanzeigen, etwas Physik, Probleme beim Einsatz von Controllern in der Regelung

Es gibt Hersteller von Cryolagerbehältern, die mit einer Füllstandsregelung ausgerüstet sind und im Wesentlichen den Füllstand zwischen 2 Sensoren regeln, dazu ist meist noch ein Überfüll- und Tiefalarm vorhanden. Der Tiefalarm schützt die Proben, wenn im Vorratsbehälter nur noch Gas ist und kann meist so eingestellt werden, dass das Ventil der LN2 Leitung geschlossen bleibt. Oftmals blockieren kleine Eiskristalle, die immer im flüssigen Stickstoff enthalten sind, den Ventilsitz beim Schliessen des Ventiles. Das Gerät kann aber nicht reagieren. Um diesen Zustand zu signalisieren ist meist ein Hochalarmdetektor vorhanden, der Zustand wird nach aussen durch eine Alarmschaltung gemeldet. So der am meisten zum Einsatz kommende Fall. (Bild1)

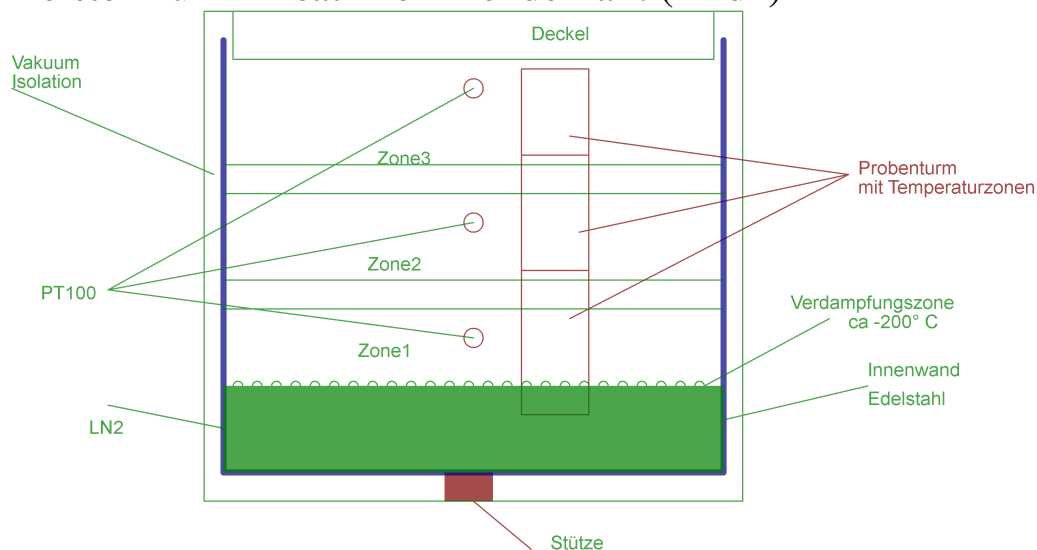
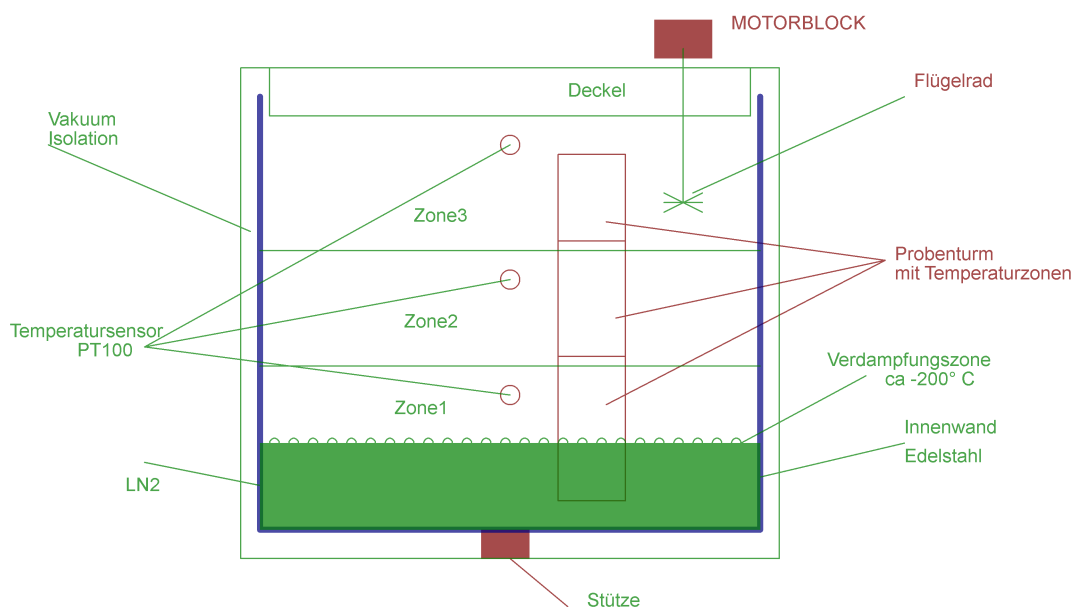


Bild 1

SCHEMA TEMPERATURVERTEILUNG IM CRYOBEHÄLTER

Oft stehen in dieser Betriebsart auch unerwünscht Proben mit im LN2, nicht immer ist das von Vorteil. Um nun abnormale Zustände im Lagerbehälter zu kontrollieren ist meist noch ein Temperatursensor untergebracht, was eigentlich grosser Unsinn ist, wie später gezeigt

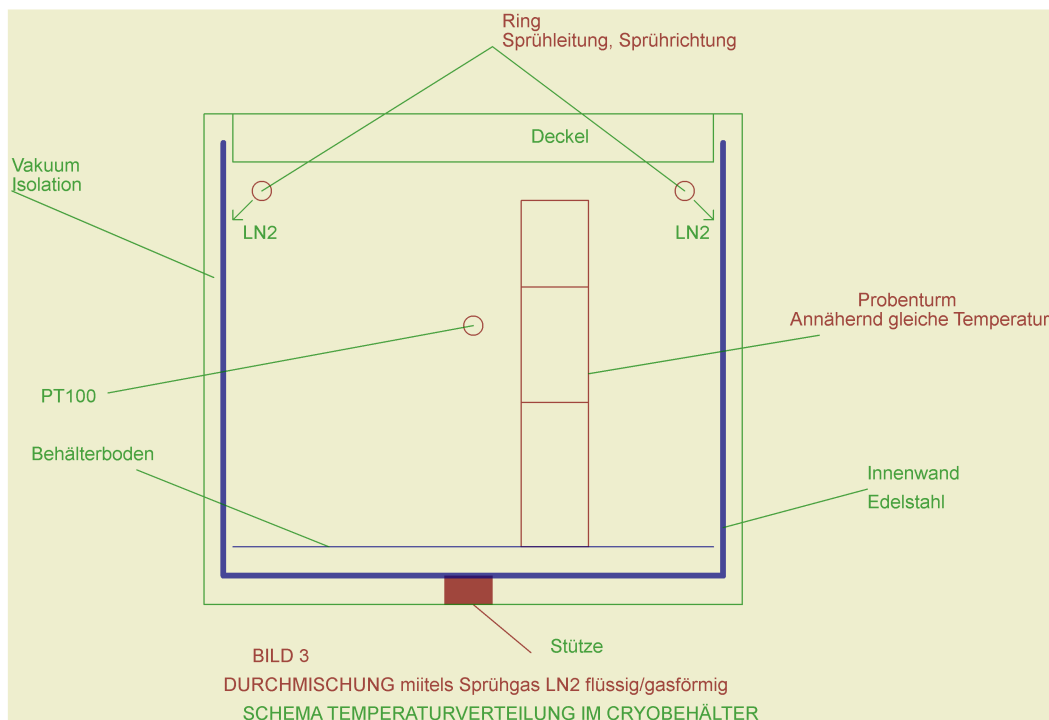
wird. Ist die Temperaturanzeige nun noch im gleichen Gerät integriert ist eigentlich der sicherheitstechnische Gau entstanden. Im Fehlerfall fällt alles aus, der Behälter gerät ausser Kontrolle. Beim genauen Hinschauen auf das Bild erkennt man noch eine Verdampfungszone, in dieser liegt die Temperatur sogar noch etwas unter  $-196^{\circ}\text{C}$ , weil die Verdampfungswärme für den LN2 der nächsten Umgebung entnommen wird. Nimmt man nun an, der Behälter sei thermisch zur Ruhe gekommen entstehen Schichtbildungen mit verschiedenen Temperaturen im Behälter abhängig von der Entfernung zum LN2. Befindet sich nur ein PT100 als Temperatursensor im Inneren wird er eine von seiner Lage(Höhe) abhängige Temperatur anzeigen. Eine andere lokale Position, eine andere Temperatur. Die Temperaturanzeige wird ein Schätzeisen, sagt über die tatsächlich Temperaturverhältnisse im Behälter nichts aus, sie ist unnützlich und verteuert das Gerät, die zusätzlichen Bauelemente sind redundant und verschlechtern damit auch die Zuverlässigkeit der Regelung des Füllstandes. Dieses Problem hat die fatale Folge: Die Lagerung der Proben findet in Zonen statt, wo man gar keine richtige Bestimmung der Temperatur vornehmen kann. Nur bei LN2 weiss man: Die  $-195^{\circ}\text{C}$  sind sicher. Werfen wir nun einen Blick auf das Bild2.



SCHEMA TEMPERATURVERTEILUNG IM CRYOBEHÄLTER

Man erkennt nun drei PT100, man könnte die Ungenauigkeit dritteln, das macht aber auch keinen Sinn, der Aufwand für die Sensorik wird

noch grösser, damit noch sinnloser. Abhilfe gegen die ungleiche Temperaturverteilung im Lagerbehälter würde ein kleiner Ventilator schaffen, wie er aus einem Umluftofen bekannt ist. Das aber wird schwierig, die Welle des Antriebes trägt Wärme in den Behälter, die Reibung der N<sub>2</sub> Moleküle an den Rotorblättern generiert zusätzliche Wärme. Es ist ein erhöhter Verbrauch von LN<sub>2</sub> die Folge, abgesehen von den wegen der grossen Kälte entstehenden Lagerprobleme der Wellendurchführung in den Behälter. Wegen der meist grossen Dicke des Dämmmaterials im Deckel scheidet eine magnetische Kraftübertragung aus. Will man seine Proben bei ziemlich genauer Temperatur in einer Gasphase lagern kommt eigentlich nur eine Applikation nach Bild3 in Betracht.



Die Zufuhr von LN<sub>2</sub> kommt mittels Ringleitung am oberen Behälterbereich zustande und wird mit Temperatur- und nicht mit Füllstandsregelung versehen, ein oder mehrere PT100 kontrollieren die Temperatur, das Magnetventil wird temperaturgesteuert geöffnet und geschlossen. Die Erfahrung zeigt, die Schaltvorgänge treten gehäuft auf, die LN<sub>2</sub> Leitung muss wegen Verminderung von Gasbildung gut isoliert und immer mit LN<sub>2</sub> gefüllt sein, ein relativ hoher LN<sub>2</sub> Verbrauch ist die Folge.

Ein Behälterhersteller, der analoge Anzeigen verwendet(Differenzdruck) geht soweit, ab und an Gas in das

Messröhrchen einzublase, weniger wegen der Durchmischung mehr zu dem Zweck, das Einfrieren des Messröhrchens zu verhindern.

## Gerätesteuerung mittels Mikrocontroller

Eigentlich ist das ein gewisser Stand der Technik, aber, einige Besonderheiten gelten. Prozessoren mit dynamischen RAMS haben eine erhöhte Fehlerquote, wenn beim Refresh der Zellen ein Störimpuls einwirkt, der den Inhalt des Speichers fälscht. Meist geht das Gerät ins Nirvana, ist eine schlechte Programmierung dabei, z.B. ein Watchdog des Prozessors nicht aktiv, wird das Gerät nicht aus dem kritischen Zustand durch RESET gebracht, die Regelung versagt, auch die aus dem Prozessor kommende Alarmmeldung bleibt aus. Es besteht akute Gefahr für das Lagergut da eine Redundanz zur Absicherung minimaler Funktionen durch andere Hardware nicht vorhanden ist. Oftmals glänzen solche Geräte durch schöne Bedienersoftware, aber, das war es dann auch. Eine Kombination beider Techniken, Controller für den Service, Funktion durch vom Controller unabhängige Hardware, die sich im Fehlerfall selbst zurücksetzt, ist eigentlich der Königsweg. Damit wird auch wirkungsvoll so genannten Brownout, das sind kurze Störspitzen auf der Netzleitung, vorgebeugt.

## Zusammenfassung

LN2 Füllstandsregler mit Temperaturanzeige sind ohne zusätzliche Massnahmen zur Gasdurchmischung im Behälter sinnlos und wenig genau für die Anzeige. Im Havariefall des Gerätes sind Füllregelung und Anzeige ausgefallen. Im Interesse der Probensicherheit ist ein getrenntes Equipment immer die saubere Lösung. Sorgt man nun noch für eine saubere Entgasung der Leitungen ist die Wahrscheinlichkeit warmes Gas in die Behälter einzutragen, minimiert. Für die genaue Lagerung der Proben ist eine Vorrichtung zum Einsprühen von LN2 an die Behälterwand mit redundanter Temperaturkontrolle die beste, aber auch eine teure Lösung. Jeder Anwender muss daher selbst wissen, was ihm seine Proben wert sind. Weiterhin ist

feststellbar: LED Dioden mit ihrer hohen  
Flussspannungsänderungen als Füllstandsdetektoren, eine  
Innovation von CROTRONIC( Erfinder Gleichmann/Löbel)  
haben sich durchgesetzt, als Sensoren für die  
Temperaturregelungen sind spezielle  
Tieftemperaturlösungen von PT100/PZ1000 nötig, will man  
ordentliche Geräte bauen. Bei Controllersteuerung sollte auf  
eine vom Controller unabhängige, im Fehlerfall immer noch  
funktionierende Hardwarelösung vorgezogen werden.