



Bachelorarbeit

**Experimentelle Untersuchung des  
Stofftransports im mikrobblasenbegas-  
ten Rührreaktor unter der Berücksichti-  
gung von Gegendiffusionseffekten**

Von Timo Alexander Merbach

**Erstprüfer:** Prof. Dr.-Ing. Michael Schlüter  
**Zweitprüfer:** Simon Matthes M.Sc  
**Betreuer:** Simon Matthes M.Sc

Hamburg, April 2020 – Oktober 2020

**Lizenz:** Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt. Das Werk steht unter der Creative-Commons-Lizenz Namensnennung 4.0 International (CC BY 4.0, <https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/legalcode.de>). Ausgenommen von der oben genannten Lizenz sind Teile, Abbildungen und sonstiges Drittmaterial, wenn anders gekennzeichnet.



**DOI:** <https://doi.org/10.15480/882.3546>

# Eidesstattliche Erklärung

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe, dass alle Ausführungen, die anderen Schriften wörtlich und sinngemäß entnommen wurden, kenntlich gemacht sind und dass die Arbeit in gleicher oder ähnlicher Fassung noch nicht Bestandteil einer Studien- oder Prüfungsleistung war.

**Hamburg, den 12.10.2020**

Handwritten signature of Timo Merbach in blue ink.

---

**Unterschrift**



# Danksagung

In dieser Form möchte ich mich bei allen bedanken, die mich bei der Durchführung der Versuche und der damit verbundenen Anfertigung dieser Bachelorarbeit unterstützt haben.

Zunächst möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr.-Ing. Schlüter bedanken, der meine Bachelorarbeit begutachtet hat und mir stets hilfreiche Anregungen gegeben hat.

Besonderer Dank geht an meinen Betreuer Simon Matthes, welcher durch seine Geduld, Hilfsbereitschaft, aber auch konstruktive Kritik mir immer eine sehr gute Stütze war. Auch bedanken möchte ich mich für die zahlreichen Diskussionen und Ideen, welche mich deutlich weitergebracht haben.

Timo Alexander Merbach

Hamburg, den 12.10.2020



---

# Inhaltsverzeichnis

<b>Inhaltsverzeichnis</b> .....	<b>vii</b>
<b>Abbildungsverzeichnis</b> .....	<b>ix</b>
<b>Tabellenverzeichnis</b> .....	<b>xii</b>
<b>Symbolverzeichnis</b> .....	<b>xiii</b>
<b>Zusammenfassung</b> .....	<b>xvi</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>xvii</b>
<b>1 Einleitung</b> .....	<b>1</b>
1.1 Motivation und Ziel der Arbeit .....	1
<b>2 Theoretischer Hintergrund</b> .....	<b>3</b>
2.1 Begaste Rührkessel.....	3
2.1.1 Grundlagen.....	4
2.1.2 Scheibenrührer.....	5
2.1.3 Stromstörer .....	6
2.1.4 Leistungseintrag beim Rühren.....	7
2.2 Statische Begasungseinrichtungen.....	9
2.3 Blasencharakterisierung .....	10
2.3.1 Blasengrößenverteilung.....	11
2.3.2 Gasgehalt und volumenspezifische Phasengrenzfläche .....	16
2.3.3 Charakteristika von Mikroblasen.....	17
2.4 Stofftransport .....	21
2.4.1 Diffusion und Konvektion.....	21
2.4.2 Zweifilmtheorie.....	23
2.4.3 Dimensionslose Kennzahlen .....	26
2.4.4 Gegendiffusion.....	27

<b>3</b>	<b>Materialien und Methoden .....</b>	<b>29</b>
3.1	Versuchsaufbau .....	29
3.2	SOPAT-Messmethode.....	32
3.3	Bestimmung des $k_L a$ -Wertes .....	33
3.4	Versuchsvorbereitung.....	35
3.5	Versuchsdurchführung .....	37
3.5.1	Versuchsdurchführung mit Entgasung durch Gasstripping .....	37
3.5.2	Versuchsdurchführung mit physikalischer Entgasung.....	38
<b>4</b>	<b>Ergebnisse und Diskussion.....</b>	<b>39</b>
4.1	Vergleich der Begaser hinsichtlich des Stofftransports..	39
4.2	Betrachtung von Gegendiffusionseffekten.....	42
4.2.1	Stofftransportanalyse.....	43
4.2.2	Blasengrößenverteilung.....	47
4.3	Modellbildung zur Beschreibung der Gegendiffusion ....	55
4.3.1	Bestimmung des Gasgehalts und der spezifischen Phasengrenzfläche .....	55
4.3.2	Korrelation zur Beschreibung der Gegendiffusionseffekte.....	61
<b>5</b>	<b>Fehlerdiskussion .....</b>	<b>65</b>
5.1	Versuchsdurchführung .....	65
5.2	Auswertung .....	67
<b>6</b>	<b>Fazit .....</b>	<b>69</b>
<b>7</b>	<b>Ausblick.....</b>	<b>71</b>
	<b>Literaturverzeichnis .....</b>	<b>72</b>
<b>A.</b>	<b>Anhang.....</b>	<b>74</b>

# Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1	Nach DIN 28131 genormter Rührkessel mit Scheibenrührer links in der Vorderansicht und rechts in der Draufsicht dargestellt. [Eigene Darstellung in Anlehnung an DIN 92] .....	4
Abbildung 2-2	Strömungsbild der radialfördernden Rushturbine in einem Rührkessel. [Eigene Darstellung in Anlehnung an Kra 02] .....	5
Abbildung 2-3	Trombenbildung und Mitrotieren der Flüssigkeit in Vorder- und Draufsicht links, Verringerung des Mitrotierens der Flüssigkeit durch vier Stromstörer rechts in Vorder- und Draufsicht dargestellt. [Eigene Darstellung in Anlehnung an Sch 14] .....	7
Abbildung 2-4	Newtonzahl über Reynoldszahl für Rührer bei einem Scheiben-, Blatt- und Propellerrührer. [Eigene Darstellung in Anlehnung an Chm et al. 18] .....	8
Abbildung 2-5	Vier verschiedene statische Begasungseinrichtungen für Rührreaktoren. [Kra 12] .....	10
Abbildung 2-6	Verteilungssumme und -dichte mit charakteristischen Größen. [Eigene Darstellung in Anlehnung an Sch 05] .....	14
Abbildung 2-7	Dargestellt v.l.n.r., Makroblase, submilli-Blase und Mikroblase mit den dazugehörigen Größenordnungen .....	17
Abbildung 2-8	Struktur einer tensidstabilisierten Mikroblase umgeben von Wasser. [Eigene Darstellung in Anlehnung an Bre et al. 98] .....	18

Abbildung 2-9	Schrumpfungsprozess einer Sauerstoffblase in entgastem Wasser. [Eigene Darstellung in Anlehnung an Mat et al. 20] .....	20
Abbildung 2-10	Konzentrationsverlauf einer Komponente von der Gasphase in die Flüssigphase nach der Zweifilmtheorie. [Eigene Darstellung in Anlehnung an Chr 10] .....	24
Abbildung 3-1	Schematischer Versuchsaufbau mit Messtechnik.....	30
Abbildung 3-2	SC Mesoskopsonde von SOPAT .....	32
Abbildung 4-1	$k_L a$ -Werte von Opentube, L-Begaser und Sinterstein mit Stickstoff als Strippinggas und konstantem Leistungseintrag .....	40
Abbildung 4-2	Rührreaktor im begasteten Zustand mit $120 \text{ mL min}^{-1}$ , mit Opentube (links) und Sinterstein (rechts).....	42
Abbildung 4-3	$k_L a$ -Werte von Opentube und Sinterstein mit Stickstoff und Argon als Strippinggas, sowie physikalisch entgastem Medium über dem Gasvolumenstrom .....	44
Abbildung 4-4	Schematische Darstellung der Gegendiffusion am Beispiel von Stickstoff ( $\text{N}_2$ ) als Strippinggas im Mikroblasenbereich, Stofftransport nach der Zweifilmtheorie von Whitham.....	46
Abbildung 4-5	log-Normalverteilung des Blasendurchmessers bei drei Messungen bei $80 \text{ mL min}^{-1}$ sowie einer Konzentration von 40% mit Stickstoff entgastem Medium.....	48
Abbildung 4-6	log-Normalverteilung mit Histogramm des Blasendurchmessers bei $80 \text{ mL min}^{-1}$ sowie einer Sauerstoffsättigung von 40% mit Stickstoff entgastem Medium.....	50

---

Abbildung 4-7	log-Normalverteilung des Blasendurchmessers über dem Gasvolumenstrom bei Gleichgewichtssättigung $c^*$ .....	51
Abbildung 4-8	log-Normalverteilung des Blasendurchmessers bei $20 \text{ mL min}^{-1}$ bei unterschiedlichen Sauerstoffsättigungen.....	52
Abbildung 4-9	log-Normalverteilung des Blasendurchmessers bei drei Entgasungsmethoden bei $80 \text{ mL min}^{-1}$ und bei 40% Sauerstoffsättigung .....	54
Abbildung 4-10	Gasgehalt und spezifische Phasengrenzfläche in Abhängigkeit zum Gasvolumenstrom .....	60
Abbildung 4-11	$k_L$ -Werte und Korrelation zu drei Entgasungsmethoden mit Argon und Stickstoff gestripptem Medium und physikalisch entgastem Medium über die Gaslöslichkeit.....	63
Abbildung 5-1	Grenzflächenspannung über dem Oberflächenalter für Triton X-100 vor und nach einer Messreihe und für VE-Wasser als Referenz.....	66
Abbildung 5-2	Fehlerbild für überlappende Blasen, von der SOPAT-Software detektierte Blasen in grün .....	67

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1	Wichtige Eigenschaften der Verteilungssumme, sowie Verteilungsdichte. [Sch 05].....	14
Tabelle 2-2	Mengenarten mit Indizes und dazugehörigen Verteilungssummen bzw. -dichte. [DIN 18] .....	15
Tabelle 3-1	Abmessungen des verwendeten Rührreaktors, der Rushtonturbine, der SOPAT-Sonde und der Strömungsbrecher.....	31
Tabelle 3-2	Stoffparameter für das Stoffsystem bei $T = 25\text{ °C}$ und $p = 100\text{ kPa}$ , [VDI 13] die Grenzflächenspannung wurde über ein Tensiometer bei $T = 25\text{ °C}$ und $p = 101,0\text{ kPa}$ gemessen .....	35
Tabelle 3-3	Newtonzahl und dazugehörige Rührgeschwindigkeit für die drei Begaser .....	36
Tabelle 3-4	Gaslöslichkeit der verwendeten Gasphasen in Wasser bei $T = 25\text{ °C}$ und $p = 101,3\text{ kPa}$ . [Taf 12] .....	36
Tabelle 4-1	Gasgehalt und spezifische Phasengrenzfläche bei den sechs Gasvolumenströmen unter Versuchsbedingungen .....	59
Tabelle 4-2	Arithmetisch gemittelter $k_L$ -Wert in Abhängigkeit zur Entgasungsmethode.....	62

# Symbolverzeichnis

## Lateinische Buchstaben

Zeichen	Bedeutung	Einheit
$a$	spezifische Phasengrenzfläche	$\text{m}^2 \text{m}^{-3}$
$c_0$	molare Konzentration an Phasengrenzfläche	$\text{mol m}^{-3}$
$c$	molare Konzentration	$\text{mol m}^{-3}$
$c^*$	molare Gleichgewichtskonzentration	$\text{mol m}^{-3}$
$cmc$	kritische Mizellenkonzentration	$\text{mol m}^{-3}$
$D$	Diffusionskoeffizient	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$
$d$	Durchmesser	m
$d_{32}$	Sauterdurchmesser	m
$g$	Gravitationskonstante	$\text{m s}^{-2}$
$H$	Henrykoeffizient	$\text{mol m}^{-3} \text{Pa}^{-1}$
$h$	Höhe	m
$k_L$	flüssigseitiger Stoffdurchgangskoeffizient	$\text{m s}^{-1}$
$k_L a$	volumenspezifischer Stoffdurchgangskoeff.	$\text{s}^{-1}$
$L$	charakteristische Länge	m
$L$	Gaslöslichkeit	$\text{kg}^3 \text{m}^{-3}$
$M$	Drehmoment	N m
$m$	Exponent	—
$n$	Exponent	—
$n$	Rühdrehzahl	$\text{s}^{-1}$
$\dot{n}$	Stoffmengenstrom	$\text{mol s}^{-1}$
$P$	Leistung	W
$p$	Druck	Pa

<b>Zeichen</b>	<b>Bedeutung</b>	<b>Einheit</b>
$p_k$	Partialdruck	Pa
$Q$	Summenverteilung	–
$q$	Dichteverteilung	$m^{-1}$
$R^2$	Korrelationskoeffizient	–
$r$	Mengenart	–
$S$	Blasenoberfläche	$m^2$
$S_V$	spezifische Oberfläche	$m^{-1}$
$T$	Temperatur	$^{\circ}C$
$t$	Zeit	s
$V$	Volumina	$m^3$
$\dot{V}$	Volumenstrom	$m^3 s^{-1}$
$x$	Blasendetektionsfaktor	–

---

## Griechische Buchstaben

<b>Zeichen</b>	<b>Bedeutung</b>	<b>Einheit</b>
$\beta$	Stoffübergangskoeffizient	$m s^{-2}$
$\delta_c$	Konzentrationsgrenzflächendicke	m
$\eta$	dynamische Viskosität	Pa s
$\nu$	Endauftriebsgeschwindigkeit	$m s^{-1}$
$\nu$	kinematische Viskosität	$m^2 s^{-1}$
$\rho$	Dichte	$kg^3 m^{-3}$
$\sigma$	Grenzflächenspannung	$kg s^{-2}$
$\sigma$	Messungenauigkeit	fallspezifisch
$\psi$	Gasgehalt	–
$\omega$	Winkelgeschwindigkeit	$rad s^{-1}$

---

## Indizes

Zeichen	Bedeutung	Zeichen	Bedeutung
AB	alle Blasen	min	Minimum
B	Blase	max	Maximum
DB	detektierte Blasen	NB	Nicht detektierte Blasen
L	Flüssigphase	R	Reaktor
G	Gasphase	S	SOPAT
i	Größe	r	Mengenart
k	Komponente	50	Median

## Dimensionslose Kennzahlen

Zeichen	Bedeutung
$Re_R$	Reynoldszahl (Rührer)
Ne	Newtonzahl
Sc	Schmidtzahl
Sh	Sherwoodzahl

## Abkürzungen

Zeichen	Bedeutung
SOPAT	Smart Online Particle Analysis Technology
VE- Wasser	demineralisiertes Wasser

## Zusammenfassung

Viele chemische und biologische Reaktionen in wässriger Phase benötigen gasförmige Komponenten, welche über Begasungseinrichtungen bereitgestellt werden. Für schnelle chemische und biologische Reaktionen ist der Stofftransport von der Gas- in die Flüssigphase häufig limitierend, was eine kontinuierliche Prozessoptimierung notwendig macht. Für diese Prozessoptimierung wird im Labor der Stofftransport über den volumenspezifischen Stoffdurchgangskoeffizienten  $k_L a$  quantifiziert. Für die Bestimmung des  $k_L a$ -Wertes wird in der Regel die Messmethode des Gasstripings mit Stickstoff verwendet.

Die vorliegende Arbeit konzentriert sich auf die Charakterisierung von Gegendiffusionseffekten und deren Einfluss auf den Stofftransport. Hierbei ist vor allem der Einfluss unterschiedlicher Strippinggase bei der Bestimmung des  $k_L a$ -Wertes von Interesse. Die Grundlage dieser Arbeit bildet ein 2 L Rührreaktor sowie drei Begasungseinrichtungen (Opentube, L-Begaser und Sinterstein), welche sich primär über ihre Blasengröße und -form differenzieren lassen. Der Stofftransport bei unterschiedlichen Entgasungsmethoden wird mit dem Sauerstoff- $k_L a$ -Wert für unterschiedliche Gasvolumenströme und Begaser analysiert. Hierbei wird das Reaktionsmedium über Stickstoff oder Argon gestrippt, zudem wird physikalisch entgastes Medium verwendet. Neben den Stofftransportmessungen werden die Blasen über endoskopische Messungen aufgenommen.

Als ein entscheidendes Ergebnis der Untersuchungen zeigt das physikalisch entgaste Medium um 56% höhere Stofftransportraten als das mit Stickstoff desorbierte Medium. Als Hauptgrund kann die vorliegende Gegendiffusion und der dadurch niedrigere Sauerstoffpartialdruck in den Blasen identifiziert werden, welcher den Stofftransport negativ beeinflusst. Zudem steigt die Gegendiffusion mit höherer Gaslöslichkeit des Strippinggases, während die Stofftransportrate von Sauerstoff sinkt. Außerdem sind über die endoskopischen Messdaten und die  $k_L a$ -Werte die jeweiligen flüssigseitigen Stoffdurchgangskoeffizienten  $k_L$  berechnet worden, welche charakteristisch für jede Entgasungsmethode sind. Auf Basis der  $k_L$ -Werte konnte ein Modell zur Quantifizierung der Gegendiffusionseffekte entwickelt werden.

## Abstract

Many chemical and biological liquid phase reactions require gaseous components provided by aeration via gassed stirred tanks. For fast chemical and biological reactions mass transfer from the gas to the liquid phase is often limited making a continuous process optimisation necessary. For this process optimisation, the mass transfer is usually quantified in the laboratory via the volumetric mass transfer coefficient  $k_L a$  using the measurement method of gas stripping with nitrogen.

The present work focuses on the characterisation of counter-diffusion effects and their influence on mass transport. The influence of different stripping gases on the determination of the  $k_L a$ -value is particularly important. The basis of this work is a 2 L stirred reactor and three gassing devices (opentube, L-sparger and sintered frit). These spargers can be differentiated primarily by their bubble size and shape. The analysis of mass transfer with different degassing methods is performed by the oxygen  $k_L a$ -value for different gas volume flows and gassing devices. The reaction medium is stripped via nitrogen or argon. A physically degassed medium is used as well. In addition to mass transport measurements, endoscopic measurements are used to record the micro-bubbles generated by the sintered frit.

As a key-result of the investigations, the physically degassed medium shows 56% higher mass transport rates than the medium desorbed with nitrogen. The main reason is the counter-diffusion and the resulting lower oxygen partial pressure in the bubbles, which has a negative influence on the mass transport. Moreover, the counter-diffusion effects increase with higher gas solubility of the stripping gas and mass transfer rate of oxygen decreases.

In addition, the endoscopic measurement data and the  $k_L a$ -values were used to calculate the respective mass transfer coefficients  $k_L$ . These are characteristic for each degassing method. On the basis of the  $k_L a$ -values a model for quantifying the counter-diffusion effects could be developed.



# 1 Einleitung

Rührkessel spielen in vielen industriellen Bereichen eine entscheidende Rolle und sind durch ihre vielfachen, flexiblen Einsatzmöglichkeiten häufig verwendete Apparate.

Biologische und chemische Industrien sind Hauptanwender solcher Rührkessel. In diesen Industrien laufen in Rührkesseln die meisten Reaktionen in der Flüssigphase ab. Viele biologische und chemische Vorgänge benötigen für wirtschaftliche Ausbeuten einen hohen Sauerstoffgehalt, welcher durch die niedrige Gaslöslichkeit in Flüssigkeiten limitiert wird [Chr 10]. Über bereits gut charakterisierte Begasungseinrichtungen wird der benötigte Sauerstoff kontinuierlich zugeführt. Diese Begaser erzeugen Blasengrößen von mehreren Millimetern, welche in herkömmlichen Anwendungen zum Standard geworden sind. Nichtsdestotrotz ist z. B. bei schnellen chemischen Reaktionen der Stofftransport häufig limitierend. [Mat et al. 20] Das damit verbundene hohe industrielle Interesse erfordert eine kontinuierliche Prozessentwicklung.

Ein Ansatz, um die Limitierung des Sauerstofftransports zu lösen, beschäftigt sich mit dem Einsatz von gesinterten oder keramischen Begasern. Diese erzeugen Mikroblasen mit einer schmalen Größenverteilung, so dass eine größere spezifische Phasengrenzfläche entsteht. Das Potential der Mikroblasen ist in den letzten Jahren bereits im Hinblick auf unterschiedliche Anwendungen und Reaktoren untersucht worden. Diese ersten Versuche zeigen höhere Stofftransportraten bei gleichen Gasflussraten. [Mat et al. 20] Durch das große Oberflächen-zu-Volumen-Verhältnis, der großen Phasengrenzfläche und dem damit verbundenem effizienterem Stofftransport im Mikroblasenbereich, sind gesinterte Begaser eine gute Alternative zu konventionellen Begasern. [Mat et al. 20]

## 1.1 Motivation und Ziel der Arbeit

Der Stofftransport im begasten Rührkessel ist von diversen Parametern abhängig. So beispielsweise von dem Blasendurchmesser, der Phasengrenzfläche, der Blasenauftriebsgeschwindigkeit, von Fluideigenschaften

der Phasen und weiteren Betriebsparametern. Aufgrund der Vielzahl von Einflussparametern sind bereits viele Studien zum Verständnis durchgeführt worden. [Hos et al. 14]

Der Stofftransport in Gas-/Flüssigsystemen wird üblicherweise über den volumenspezifischen Stoffdurchgangskoeffizient  $k_L a$  mit der Methode des Gasstripings bestimmt. Das gängig verwendete Strippinggas ist Stickstoff. Die speziellen Eigenschaften der Mikroblasen sind durch diverse Studien bereits gut charakterisiert worden. Aufgrund ihres geringen Durchmessers sind auch neue Aspekte relevant, welche bisher aufgrund von Gewohnheit nicht betrachtet worden sind. Ein neuer Blickwinkel tritt vor allem bei der Variation des Strippinggases auf. Unterschiedliche Strippinggase haben eine unterschiedliche Gaslöslichkeit, wodurch der Effekt der Gegendiffusion auftritt.

Im Rahmen dieser Arbeit wird der Einfluss der Gegendiffusion anhand von drei unterschiedlichen Entgasungsmethoden charakterisiert. Die Grundlage der Versuchsreihen bildet ein disperses Stoffsystem, bestehend aus demineralisiertem Wasser (VE-Wasser) mit dem Tensid Triton X-100 und dispers vorliegender Luftblasen. Die Gasblasen werden jeweils über ein Einsteckrohr (Opentube), ein L-Begaser sowie einen Sinterstein zugeführt. Diese Begaser erzeugen unterschiedliche Blasengrößen und werden umfassend hinsichtlich des Stofftransports analysiert.

Der Stofftransport wird zunächst durch die Bestimmung des  $k_L a$ -Wertes mittels der Methode des Gasstripings mit Stickstoff bewertet. Neben der Bestimmung des  $k_L a$ -Wertes mit Stickstoff, wird die Messung ebenfalls mit Argon durchgeführt. Durch die unterschiedliche Gaslöslichkeit der Strippinggase kann so der Einfluss der Gegendiffusion charakterisiert werden. Des Weiteren werden  $k_L a$ -Werte von physikalisch entgastem Medium als Referenzwert bestimmt. Parallel zu der Messung des  $k_L a$ -Wertes werden ebenfalls endoskopische Messungen durchgeführt, um den Einfluss der Blasengrößenverteilung zu analysieren.

Herauszufinden, inwieweit das Phänomen der Gegendiffusion einen signifikanten Einfluss auf den  $k_L a$ -Wert hat, ist primäres Ziel dieser Arbeit. Ferner soll ein Modell zur Quantifizierung der Gegendiffusion auf Basis von  $k_L$ -Werten entwickelt werden.

## 2 Theoretischer Hintergrund

Ziel dieses Kapitels ist die Erläuterung der Grundlagen von begasten Rührkesseln. Insbesondere wird die Funktionsweise von verschiedenen statischen Begasungseinrichtungen betrachtet, welche ein zentrales Element dieser Arbeit darstellen. Des Weiteren wird die Charakterisierung von Gasblasen in Flüssigkeiten hinsichtlich der Blasengrößenverteilung und wichtigen Kenngrößen wie beispielsweise dem Sauterdurchmesser  $d_{32}$  betrachtet. Darauf aufbauend werden die speziellen Eigenschaften von Mikroblasen thematisiert. Schließlich werden die elementaren Zusammenhänge des Stofftransports sowie die Zweifilmtheorie dargestellt.

### 2.1 Begaste Rührkessel

Für das Lösen von gasförmigen Substanzen oder der Desorption von flüssigen Stoffen kann der begaste Rührkessel verwendet werden. Im begasten Rührkessel liegt die Flüssigkeit in der Regel kontinuierlich (Dispersionsmittel) vor, während die disperse Phase über eine Begasungseinrichtung zugeführt wird und sich aus Gasblasen zusammensetzt. Diese Zuführung wird als das Dispergieren eines Gases bezeichnet. Da die Blasengröße die Kontaktfläche zwischen Gas- und Flüssigphase beeinflusst, kann durch die Begasung mit kleineren Blasen diese Grenzfläche vergrößert werden. Primär wird die Begasung mit kleineren Blasen zur Verbesserung des Stofftransports über eine größere Phasengrenzfläche angewendet. [Sch 14]

Der begaste Rührkessel ist ein elementarer Bestandteil dieser Arbeit. Im Folgenden werden die Grundlagen sowie statische Begasungseinrichtungen vorgestellt.

### 2.1.1 Grundlagen

Rührkessel sind durch ihre vielfachen, flexiblen Einsatzmöglichkeiten in der chemischen und biologischen Industrie häufig verwendete Apparate. Rührkessel bestehen aus einem zylindrischen Behälter und einem Rührwerk. Rührkessel werden für zahlreiche verfahrenstechnische Grundoperationen verwendet. Diese Operationen können zum Homogenisieren, zum Suspendieren, zum Begasen und als Reaktor für chemische und biologische Reaktionen dienen. In der Praxis werden die verschiedenen Grundoperationen häufig miteinander verbunden. [Kra 12]

Allgemeine Betriebsformen für Rührkessel sind diskontinuierlich, halbkontinuierlich, sowie kontinuierlich. Des Weiteren sind Rührkessel zum Beispiel mithilfe eines Doppelmantels temperierbar. [Chr 10] Der schematische Aufbau eines nach DIN 28131 genormten Rührkessels ist in Abbildung 2-1 gezeigt. [DIN 92]

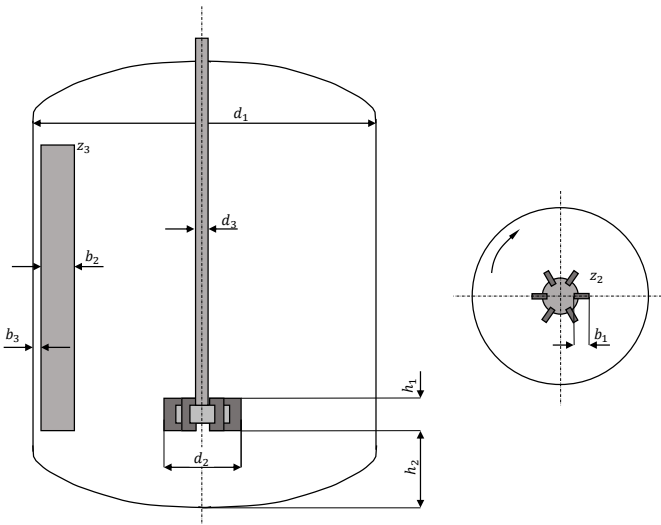


Abbildung 2-1 Nach DIN 28131 genormter Rührkessel mit Scheibenrührer links in der Vorderansicht und rechts in der Draufsicht dargestellt. [Eigene Darstellung in Anlehnung an DIN 92]

### 2.1.2 Scheibenrührer

Eine weitverbreitete Grundoperation in der Verfahrenstechnik ist der Vorgang des Mischens. Das Ziel ist es, eine homogene Verteilung der Phasen herzustellen. [Sch 14] Grundsätzlich erfolgt beim Rühren die Mischung der Komponenten durch Strömungskräfte, welche vom Rührorgan durch Rotation erzeugt werden. [Hem 11]

Für unterschiedliche Anwendungen und Medien stehen zahlreiche Rührerarten zur Verfügung. Die wichtigsten Rührerformen sind nach DIN 28131 genormt. Dazu gehören Propeller-, Schrägblatt-, Scheiben-, Impeller-, und Ankerrührer [DIN 92]. Für eine Einordnung der zahlreichen Rührorgane werden diese nach charakteristischen Merkmalen wie der primär erzeugten Strömungsform, dem Rührorgan/Behälterdurchmesser-Verhältnis und nach Einsatzmöglichkeiten wie Viskositätsbereich klassifiziert. In der vorliegenden Arbeit wird für das Dispergieren von Gasen in Flüssigkeiten ein Scheibenrührer verwendet. Daher wird im Folgenden nur dieser näher betrachtet. Des Weiteren ist der Scheibenrührer das am weitesten verbreitete Rührorgan bei begasten Anwendungen [Kra 12].

Der Scheibenrührer, auch Rushtonturbine genannt, hat in der Regel sechs rechtwinklig gestellte Rührblätter. Mit diesen erzeugt der Scheibenrührer eine radiale Förderung des Reaktormediums. Die durch die Rushtonturbine erzeugten Strömungslinien sind in Abbildung 2-2 dargestellt.

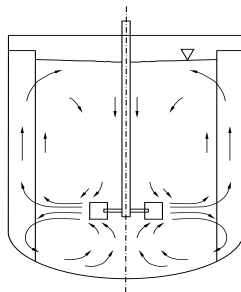


Abbildung 2-2 Strömungsbild der radialfördernden Rushtonturbine in einem Rührkessel. [Eigene Darstellung in Anlehnung an Kra 02]

Der Scheibenrührer wird vor allem für Flüssigkeiten mit dynamischen Viskositäten kleiner als 10 Pa s eingesetzt. Anwendung findet dieser Rührer für das Homogenisieren, das Emulgieren und das Begasen. [Sch 14] Für letzteres ist der Scheibenrührer besonders geeignet, um mithilfe der hohen Scherkräfte insbesondere Makroblasen zu zerteilen. Dies führt zu kleineren Blasen und damit zu einer größeren Phasengrenzfläche. [Kra 12] Außerdem werden die Gasblasen mit dem Scheibenrührer auch unterhalb des Rührers verteilt. [Sch 14]

### **2.1.3 Stromstörer**

Zentrisch angeordnete Rührer wie der Scheibenrührer sowie niedrig viskose Flüssigkeiten neigen bei hoher Drehzahl zum Mitrotieren der Flüssigkeit. In diesem Zustand wird die Rührenergie nicht zu der Vermischung aufgebracht, sondern größtenteils für die Rotation der Flüssigkeit. Durch radiale Geschwindigkeitsunterschiede bildet sich zudem eine Trombe aus. [Sch 14] Bei Ausbildung dieser Trombe bis zum Rührorgan wird Umgebungsgas in die Flüssigkeit eingetragen und der Leistungseintrag nimmt ab.

Zur Verringerung dieses Effekts werden Strömungstörer senkrecht zur Behälterwand angeordnet. [Kra 02] Die Anzahl der Stromstörer ist hierbei variabel. In der Anwendung mit einer Rushtonturbine werden häufig zwei bis vier Stromstörer verwendet. [Sch 14] Die Trombenbildung sowie die Verringerung dieses Effekts durch Stromstörer ist in Abbildung 2-3 dargestellt.

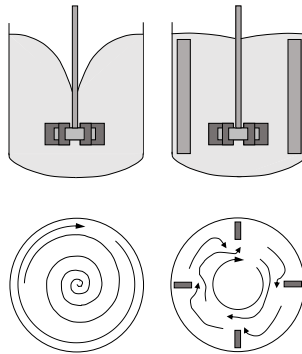


Abbildung 2-3 Trombenbildung und Mitrotieren der Flüssigkeit in Vorder- und Draufsicht links, Verringerung des Mitrotierens der Flüssigkeit durch vier Stromstörer rechts in Vorder- und Draufsicht dargestellt. [Eigene Darstellung in Anlehnung an Sch 14]

### 2.1.4 Leistungseintrag beim Rühren

Die Dimensionierung eines Rührers erfolgt über zahlreiche Größen. Relevant sind hierbei die Energiedissipation, die Rührleistung, die Reaktor- und Rührgeometrie, stoffspezifische Parameter sowie dimensionslose Kennzahlen. [Kra 12]

Die vom Rührer eingebrachte Leistung  $P$  wird mit der sogenannten Leistungsgleichung

$$P = Ne \cdot \rho_L \cdot n^3 \cdot d_R^5 \quad (2.1)$$

berechnet.  $\rho_L, n, d_R$  sind hierbei die Dichte der Flüssigphase, die Rührdrehzahl und der Rührerdurchmesser. Ebenso wird die dimensionslose Leistungskennzahl  $Ne$ , auch Newtonzahl genannt, durch diese Gleichung (2.1) definiert. [Kra 12]

Bei bekanntem Drehmoment  $M$  kann die vom Rührer eingebrachte Leistung  $P$  über

$$P = M \cdot \omega = M \cdot 2\pi \cdot n \quad (2.2)$$

definiert werden. Hierbei ist  $\omega$  die Winkelgeschwindigkeit.

Die Leistungskennzahl ist abhängig von der Rührergeometrie, sowie der Reynoldszahl für Rührer, d.h. von der Strömungsform. [Kra 12] Die Reynoldszahl für Rührer  $Re_R$  ist als

$$Re_R = \frac{\rho_L \cdot n \cdot d_R^2}{\eta} \quad (2.3)$$

definiert.  $\rho_L$ ,  $n$ ,  $d_R$  und  $\eta$  stehen für die Dichte der Flüssigphase, die Rührerdrehzahl, den Rührerdurchmesser und die dynamische Viskosität.

Bei Anwendung dieser Reynoldszahl wird von unterschiedlichen Strömungsformen gesprochen. Eine laminare Strömung ist bei  $Re_R < 10$  vorliegend, während eine turbulente Strömung bei einer  $Re_R > 10.000$  erreicht wird. Zwischen den beiden Gebieten ist ein Übergangsbereich vorherrschend. [Kra 12]

Die funktionale Abhängigkeit von Newtonzahl und Reynoldszahl wird als Leistungscharakteristik bezeichnet und ist für jedes Reaktorsystem bestimmbar. Zur Hervorhebung dieser Abhängigkeit ist in Abbildung 2-4 die Newtonzahl über der Reynoldszahl  $Re_R$  für drei Rührer gezeigt. [Kra 12]

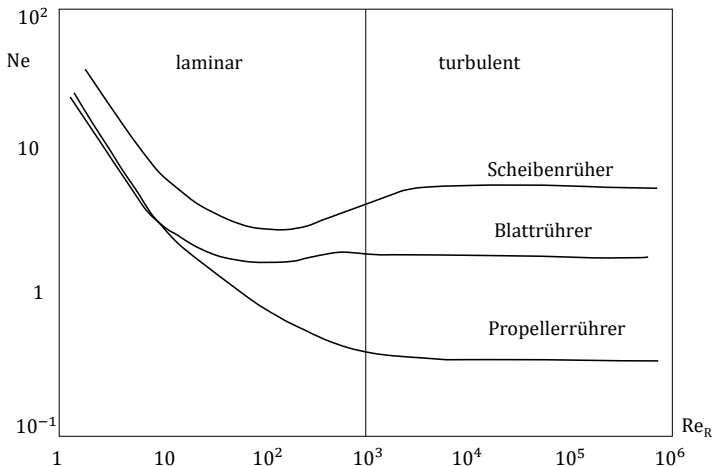


Abbildung 2-4 Newtonzahl über Reynoldszahl für Rührer bei einem Scheiben-, Blatt- und Propellerrührer. [Eigene Darstellung in Anlehnung an Chm et al. 18]

Aus Abbildung 2-4 wird deutlich, dass die Newtonzahl im turbulenten Strömungsbereich einen konstanten Wert annimmt und somit nicht mehr von der Reynoldszahl für Rührer abhängig ist. [Kra 12]

## 2.2 Statische Begasungseinrichtungen

Gasblasen können durch zahlreiche Begasungseinrichtungen zugeführt werden. Üblicherweise wird eine Begasungseinrichtung unterhalb des Rührorgans angebracht. Die Gasblasen strömen von unten durch eine Begasungseinrichtung ein und steigen in der Flüssigkeitsschicht auf. [Chr 10]

Darüber hinaus wird zwischen Selbst- und Fremdbegasung unterschieden. Bei der Fremdbegasung wird das Gas von außen hinzugeführt, während bei der Selbstbegasung Dispergierorgane das Gas selbsttätig ansaugen. [Kra 12]

Das Ziel von Begasungseinrichtungen ist die Erzeugung möglichst kleiner Blasen sowie eine gleichmäßige Verteilung dieser über den Reaktorquerschnitt. Bei statischen Begasungseinrichtungen erfolgt die Erzeugung von Gasblasen durch Poren und Löcher. [Kra 12] Des Weiteren arbeiten statische Begaser nach dem Prinzip der Fremdbegasung. Es wird keine äußere Energie hinzugefügt. Statische Begasungseinrichtungen gibt es in verschiedenen Ausführungen, wovon vier häufig verwendete in Abbildung 2-5 dargestellt sind. Dazu gehören das Einsteckrohr, der Lochboden, der Begaserring und die Sinterplatte. [Kra 12]

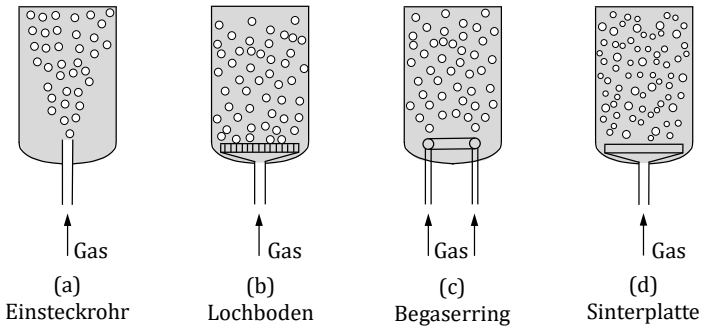


Abbildung 2-5 Vier verschiedene statische Begasungseinrichtungen für Rührreaktoren. [Kra 12]

Die einfachste Ausführungsform ist ein senkrecht stehendes Rohr (a). Hierbei ergibt sich vor allem für Blasensäulenreaktoren eine ungleichmäßige Verteilung der Gasblasen nah am Rohr über den Reaktorquerschnitt. In dieser Arbeit werden allerdings gerührte und begaste Rührkessel betrachtet, so dass bedingt durch den Rührer auch beim Einsteckrohr eine homogene Verteilung erzeugt wird. Für eine homogene Verteilung der Blasen über den gesamten Querschnitt und die gesamte Höhe, auch in Blasensäulenreaktoren, werden Böden (b) oder Begaserringe (c) verwendet. Wenn neben einer homogenen Verteilung über den Querschnitt auch Mikroblasen erzeugt werden sollen, so werden Sinterplatten (d) mit Porengrößen von wenigen Mikrometern verwendet. Durch den vom Rührer erzeugten Fluidstrom werden die Blasen von der Sinterplatte abgeschert.

Für die statischen Begasungseinrichtungen ist es wichtig, eine Mindestbelastung anzulegen. So wird ein Durchregnen der Flüssigkeit verhindert und eine gleichmäßige Verteilung gewährleistet. [Kra 12]

### 2.3 Blasencharakterisierung

Gasblasen bilden zusammen mit einer kontinuierlichen Flüssigphase ein disperses System. Für die Charakterisierung dieser Gasblasen ist es notwendig, die Blasengrößen zu ermitteln. Im folgenden Abschnitt 2.3.1 steht allerdings nicht die Beschreibung individueller Blasen im

Vordergrund, sondern die Beschreibung von Blasenkollektiven. Die Grundlage zur Beschreibung von Blasenkollektiven ist üblicherweise die Untersuchung einer repräsentativen Teilmenge, um so auf die Gesamtmenge der Gasblasen zu schließen. [Sch 05]

Die Größenverteilung ist in diesem Fall ein wichtiger Parameter, um Informationen über die spezifische Phasengrenzfläche, welche aufgrund des Zusammenhangs zwischen Blasengröße und Zahlendichte nicht direkt gemessen werden kann, zu erhalten. [Mat et al. 20] Ein weiterer wichtiger Parameter für die Beschreibung von Gas-/Flüssigsystemen ist der Gasgehalt. Des Weiteren werden Mikroblasen betrachtet, welche spezielle Eigenschaften im Hinblick auf die Hydrodynamik und die Thermodynamik haben.

### 2.3.1 Blasengrößenverteilung

Die Blasengrößenverteilung im dispersen System ist eine Möglichkeit der Blasencharakterisierung. In der Regel ist die Blasengrößenverteilung nicht im Voraus berechenbar, da eine Vielzahl von Parametern die Größe der erzeugten Gasblasen beeinflusst. Wichtige Parameter sind hierbei: [Sch 14]

- Apparatetechnische Parameter
  - Durchmesser und Anzahl der Einbringungsöffnungen
  - Volumen des Gasraumes vor Einführung
- Betriebsparameter
  - Gasvolumenstrom, Flüssigkeitsbewegung
  - Flüssigkeitssäule über der Begasungseinrichtung
  - Temperatur und Druck
- Stoffliche Parameter
  - Dichte, Viskosität
  - Grenzflächenspannung der jeweiligen Gas- bzw. Flüssigphase

Vor allem die zuletzt genannte Grenzflächenspannung ist aufgrund von Verunreinigungen schwer reproduzierbar und konstant zu halten.

Wichtige Unterscheidungskriterien für Blasen sind deren Größe, Verteilung und Form. Diese Eigenschaften sind relevant für die Charakterisierung der Blasen, da sie in direktem Zusammenhang zum Stofftransport stehen. Dieser technische Zusammenhang erfordert eine Kennzeichnung der Einzelblase und des Blasenkollektivs. [Sti 09]

Aufgrund der herrschenden Oberflächenspannung liegen Mikroblasen vor allem kugelförmig vor. Durch ihre regelmäßige Form können sie durch eindeutige geometrische Maße wie den Blasendurchmesser charakterisiert werden. Deshalb ist es hier nicht notwendig, physikalische oder geometrische Äquivalenzdurchmesser heranzuziehen. Durch die sphärischen Blasen weisen die Kollektive alle dieselbe Form auf, so dass auch keine Formfaktoren relevant sind. [Sti 09] Neben der geometrischen Beschreibung von Blasen ist eine weitere Kenngröße die spezifische Oberfläche, welche im Folgenden betrachtet wird.

Die spezifische Oberfläche ist eine wichtige Größe zur Darstellung der Partikelfeinheit. [Sch 05] Besonders wichtig ist diese Einflussgröße für Prozesse wie Wärme- und Stofftransport sowie für die Begasung und die Extraktion. In all diesen Prozessen spielt die Phasengrenzfläche eine wichtige Rolle. Es wird zwischen der massebezogenen, sowie der volumenbezogenen spezifischen Oberfläche unterschieden. Jedoch ist es bei Blasen aufwendiger, die Masse zu bestimmen. Außerdem ist die massebezogene spezifische Oberfläche zusätzlich stoffabhängig, während die volumenbezogene spezifische Oberfläche eine reine geometrische Größe ist. Aus diesen Gründen ist für Blasen nur die volumenbezogene spezifische Oberfläche  $S_V$

$$S_V = \frac{S}{V_B} = \frac{\text{Blasenoberfläche}}{\text{Blasenvolumen}} \quad (2.4)$$

relevant. Mit der Annahme einer Kugelform wird der Sauterdurchmesser  $d_{32}$

$$d_{32} = \frac{6}{S_V} \quad (2.5)$$

definiert.

Der mittlere Kugeldurchmesser, welcher der spezifischen Oberfläche des gesamten Blasenkollektivs entspricht, wird Sauterdurchmesser  $d_{32}$  genannt. Der Sauterdurchmesser ist umgekehrt proportional zur volumenspezifischen Oberfläche und wird mithilfe der Anzahl- oder auch aus der Volumen-/Masseverteilung bestimmt. [Sti 09] Die Grundlagen und die Bestimmung dieser Größenverteilungen werden im Folgenden erläutert.

In Blasenkollektiven liegen nicht alle Blasen in derselben Größe vor, sondern befinden sich in einer Größenverteilung. Für die Darstellung und Zuordnung der Mengenanteile solcher Blasengrößenverteilungen werden unterschiedliche mathematische Herangehensweisen gewählt. [Sti 09]

In der Regel wird für die meisten Darstellungsformen auf der Abszisse der Blasendurchmesser  $d_B$  aufgetragen. Die Ordinate zeigt die jeweiligen Mengenanteile. [Sti 09]

Für die Verteilungssumme  $Q_r(d)$

$$Q_r(d) = \frac{\text{Teilmenge } d_{\min} \dots d_i}{\text{Gesamtmenge } d_{\min} \dots d_{\max}} \quad (2.6)$$

wird der Anteil an der Gesamtmenge, der unter einem bestimmtem Blasendurchmesser liegt, auf der Ordinate aufgetragen. Die Abszisse zeigt grundsätzlich den Blasendurchmesser. [Sti 09]

Wird die Teilmenge in einem bestimmten Größenintervall auf die Intervallbreite bezogen, so wird von der Verteilungsdichte  $q_r(d)$

$$q_r(d) = \frac{\text{Teilmenge } d_{i-1} \dots d_i}{\text{Gesamtmenge} \cdot \text{Intervallbreite}} \quad (2.7)$$

gesprochen. Diese ist außerdem das Differential der Verteilungssumme. [Sti 09]

Die Verteilungsdichte  $q_r(d)$  sowie die Verteilungssumme  $Q_r(d)$  ist in Abbildung 2-6 dargestellt. Die charakteristischen Werte  $d_{\min}$  für den minimalen Blasendurchmesser sowie  $d_{\max}$  für den maximalen Blasendurchmesser werden ebenfalls durch Abbildung 2-6 verdeutlicht.

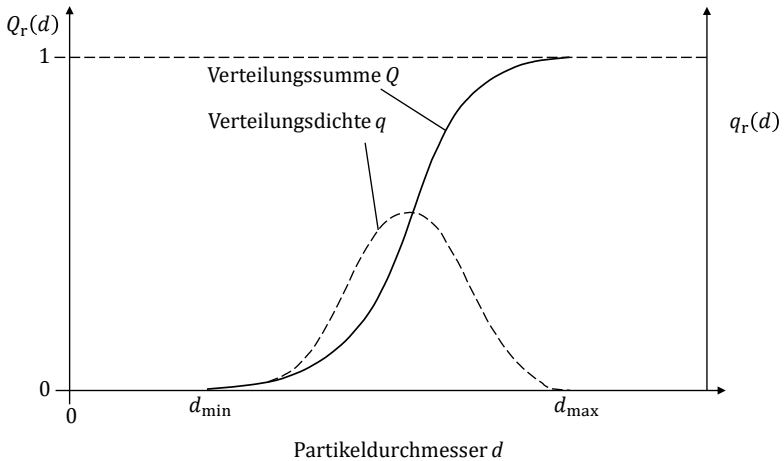


Abbildung 2-6 Verteilungssumme und -dichte mit charakteristischen Größen. [Eigene Darstellung in Anlehnung an Sch 05]

Aus Abbildung 2-6 werden die Eigenschaften der Verteilungssumme und -dichte deutlich. Einige wichtige Eigenschaften sind in Tabelle 2-1 dargestellt. So steigt die Verteilungssumme immer zwischen  $d_{\min}$  und  $d_{\max}$  mit zunehmendem Durchmesser an oder ist konstant. Die Verteilungsdichte ist hingegen durch mindestens ein Maximum gekennzeichnet, welche in diesem Fall monomodale Verteilung genannt wird. Dieses Maximum kennzeichnet die mengenreichsten Blasengröße, welche Modalwert genannt wird. [Sti 09]

Tabelle 2-1 Wichtige Eigenschaften der Verteilungssumme, sowie Verteilungsdichte. [Sch 05]

Lage	Verteilungssumme	Verteilungsdichte
$d \leq d_{\min}$	$Q_r(d) = 0$	$q_r(d) = 0$
$d > d_{\max}$	$Q_r(d) = 1$	$q_r(d) = 0$

Als Normierungsbedingung und gleichzeitig als mathematischer Zusammenhang zwischen Verteilungssumme und -dichte ist

$$\frac{1}{2} \int_{d_{\min}}^{d_{\max}} q_r(d) dr = Q_r(d_{\max}) = 1 \quad (2.8)$$

bezeichnend.

Bei Größenverteilungen steht der Index  $r$  für die jeweilige Mengentart. Diese wird durch die Messmethode, mit der die Blasen in einem Größenintervall gemessen werden, bestimmt. [Sti 09] Die gewöhnlichen Mengentarten mit Index und die dazugehörigen Verteilungen sind in Tabelle 2-2 dargestellt.

Tabelle 2-2 Mengentarten mit Indizes und dazugehörigen Verteilungssummen bzw. -dichte. [DIN 18]

<b>Index</b>	<b>Mengentart</b>	<b>Verteilungen</b>
$r = 0$	Anzahl	$Q_0(d), q_0(d)$
$r = 1$	Länge	$Q_1(d), q_1(d)$
$r = 2$	Fläche	$Q_2(d), q_2(d)$
$r = 3$	Volumen/Masse	$Q_3(d), q_3(d)$

Neben dem Sauterdurchmesser ist der Medianwert  $d_{50,r}$  eine weitere, wichtige Kenngröße zur Charakterisierung von Blasenkollektiven. Der Medianwert bezeichnet die Blasengröße unter der 50% der Blasenmenge liegt. Hier muss die Mengentart  $r$  mit angegeben werden. Durch den Wert wird allerdings keine Information über den weiteren Verlauf der Verteilung gegeben. [Sti 09]

### 2.3.2 Gasgehalt und volumenspezifische Phasengrenzfläche

Ein weiterer Parameter zur Charakterisierung von dispersen Systemen ist der Gasgehalt. Aufgrund des großen Einflusses auf die Blaseigenschaften, die spezifische Phasengrenzfläche und damit auf den Stofftransport ist er ein elementarer Parameter für die Beschreibung von Gas-/Flüssigsystemen. Der Gasgehalt ist von einer Vielzahl von Betriebsparametern und dem Stoffsystem abhängig. Es existieren viele Korrelationen für die Berechnung vom Gasgehalt, welche allerdings immer nur für spezielle Stoffsysteme gültig sind. Der Gasgehalt  $\psi$

$$\psi = \frac{V_G}{V} = \frac{V_G}{V_G + V_L} \quad (2.9)$$

kann unter Berücksichtigung des Gasvolumens  $V_G$ , des Gesamtvolumens  $V$  bzw. des Flüssigkeitsvolumens  $V_L$  berechnet werden. [Kra 12]

Neben dem Gasgehalt ist die volumenspezifische Phasengrenzfläche  $a$  ebenfalls ein grundlegender Parameter zur Charakterisierung des Stofftransports. Diese ist abhängig vom Stoffsystem und den Betriebsparametern. Der allgemeine mathematische Zusammenhang ist durch

$$a = \frac{6 \cdot \psi}{d_{32}} \quad (2.10)$$

gegeben. Hierbei ist  $\psi$  der Gasgehalt und  $d_{32}$  der Sauterdurchmesser. Die spezifische Phasengrenzfläche steigt mit kleiner werdenden Blasen. Außerdem steht die spezifische Phasengrenzfläche in direktem Zusammenhang mit der Rührerdrehfrequenz. Durch Steigerung der Rührerdrehfrequenz wird mehr Flüssigkeitsvolumen verdrängt. So entstehen im Makroblasenbereich immer kleinere Blasen. Folglich wird die spezifische Phasengrenzfläche vergrößert. [Kra 12] Im Mikroblasenbereich ist aufgrund ihrer hohen Grenzflächenspannung kein Zusammenhang zwischen der spezifischen Phasengrenzfläche und der Rührerdrehgeschwindigkeit vorhanden. [Sch 14]

Mikroblasen werden im folgenden Abschnitt 2.3.3 hinsichtlich weiterer Eigenschaften genauer erläutert.

### 2.3.3 Charakteristika von Mikroblasen

Blasen werden nach der Größe in die Regime Makro-, submilli- und Feinblasen unterteilt. Im Bereich der Feinblasen werden zusätzlich Mikroblasen definiert, welche ein fundamentaler Teil dieser Arbeit sind. Als Mikroblasen gelten alle Gasblasen, welche einen Blasendurchmesser  $d_B = 1 - 100 \mu\text{m}$  aufweisen. In Abbildung 2-7 sind die Klassen Makro-, submilli- und Mikroblasen veranschaulicht.

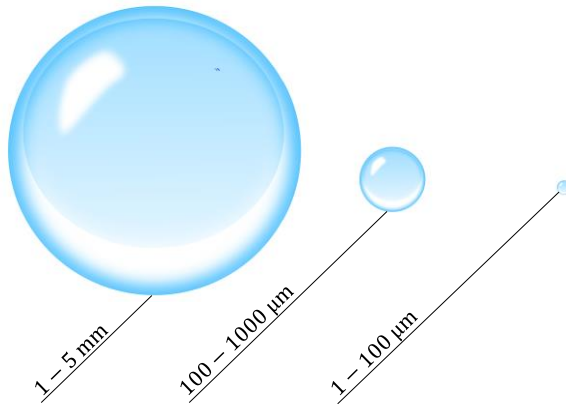


Abbildung 2-7 Dargestellt v.l.n.r., Makroblase, submilli-Blase und Mikroblase mit den dazugehörigen Größenordnungen.

Mikroblasen sind aufgrund ihrer hohen Grenzflächenspannung kugelförmig und weisen somit eine hohe Formstabilität auf. Makroblasen haben im Vergleich dazu in der Regel einen Durchmesser von 1 – 5 mm, während Blasen im submilli-Bereich in der Größenordnung von 100 – 1000  $\mu\text{m}$  liegen. [Dru et al. 15]

Mikroblasen bilden in einem dispersen System aus Luft und Wasser eine homogene Lösung, welche bei einer hohen Blasendichte milchig ist. In dieser Arbeit werden Mikroblasen durch eine Tensidzugabe zusätzlich stabilisiert. Eine tensidstabilisierte Mikroblase besteht aus zwei Gassphären. Zwischen der Gasphase und der umgebenden Bulkphase befindet sich eine durch Tenside stabilisierte Wasserhülle, welche 1  $\mu\text{m}$  dick ist. Der genaue Aufbau wird in Abbildung 2-8 dargestellt. [Bre et al. 98]

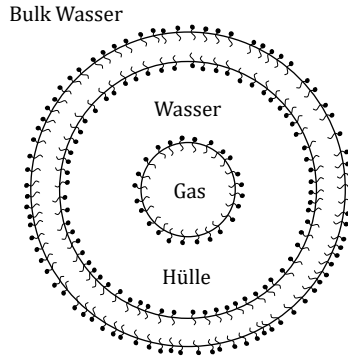


Abbildung 2-8 Struktur einer tensidstabilisierten Mikroblase umgeben von Wasser. [Eigene Darstellung in Anlehnung an Bre et al. 98]

Außerdem besitzen Mikroblasen durch ihre Größe und ihre geometrische Form ein hohes Oberflächen-zu-Volumen-Verhältnis sowie eine große volumenspezifische Phasengrenzfläche. Durch die große volumenspezifische Oberfläche lösen sich diese Blasen schnell in die Flüssigkeit ein. Hierdurch können hohe Stoffdurchgangsraten für den gasförmigen Reaktanten auf dem Weg in die Flüssigphase erzielt werden. [Bre et al. 98]

Mikroblasen besitzen ein kleines Volumen, wodurch die Auftriebsgeschwindigkeit im Gegensatz zu Makroblasen entsprechend kleiner ist und nur wenige Millimeter pro Sekunde beträgt. Direkt damit verbunden ergibt sich eine längere Verweil- und Austauschzeit im Reaktor. Die Stokes-Gleichung gibt den mathematischen Zusammenhang für die finale Auftriebsgeschwindigkeit  $v_B$  unter der Annahme einer unbeweglichen Oberfläche

$$v_B = \frac{d_B \cdot g \cdot (\rho_G - \rho_L)}{18 \cdot \eta} \quad (2.11)$$

mit dem Blasendurchmesser  $d_B$ , der Gravitationskonstante  $g$ , der Dichte der Gasphase  $\rho_G$ , der Dichte der Flüssigphase  $\rho_L$  und der dynamischen Viskosität der Flüssigphase  $\eta$ . [Sto 51] Analog dazu haben Makroblasen eine höhere Auftriebsgeschwindigkeit und damit verbunden eine

niedrigere Verweilzeit in der Flüssigphase, wodurch diese an der Oberfläche zerplatzen. Folglich wird nicht die komplette Gasmenge an die Flüssigkeit übertragen, was zu einem schlechteren Stofftransport führt. [Bre et al. 98]

Mikroblasen werden beim Stofftransport durch die Abgabe von Gas in die Flüssigphase zunehmend kleiner. Beim Schrumpfen von Mikroblasen und der damit verbundenen Verkleinerung des Radius steigt der Druck innerhalb einer Blase aufgrund der Young-Laplace-Gleichung. Die Druckdifferenz zwischen Gas- und Flüssigphase  $\Delta p$  wird mit

$$\Delta p = \frac{4 \cdot \sigma}{d_B} \quad (2.12)$$

beschrieben. Hier ist  $\sigma$  die Grenzflächenspannung und  $d_B$  der Blasendurchmesser. [Mat et al. 20] Folglich ist auch der Einfluss des Laplace-drucks in Mikroblasenbereich im Vergleich zu Makroblasen signifikant höher, denn der Laplacedruck steigt mit abnehmendem Blasendurchmesser an. Dementsprechend steigt auch der Partialdruck in der Blase und die Sättigungskonzentration  $c^*$  an. Das Gesetz von Henry

$$c^* = H \cdot p_k \quad (2.13)$$

liefert den Zusammenhang zwischen der Sättigungskonzentration und dem Partialdruck  $p_k$  innerhalb der Gasblasen für die Komponente  $k$ .  $H$  ist hierbei der Henrykoeffizient, welcher als Maß für die Gasaufnahme-fähigkeit einer Lösung gilt. Durch das Gesetz von Henry beeinflusst der Partialdruck innerhalb der Blasen direkt den Stofftransport über den Konzentrationsgradienten. [Mat et al. 20]

Ein weiterer Mechanismus von Mikroblasen ist der Schrumpfungsprozess. Der Schrumpfungsprozess ist bereits umfassend von Iwakiri et al. (2017) untersucht worden. Die Schrumpfrate einer Mikroblase kann nach Iwakiri et al. (2017) bis zu einer kritischen Blasengröße durch eine Gerade angenähert werden. Ab dieser kritischen Blasengröße von ca. 15  $\mu\text{m}$  läuft der Schrumpfungsprozess beschleunigt ab. Dieser Prozess ist in Abbildung 2-9 gezeigt.

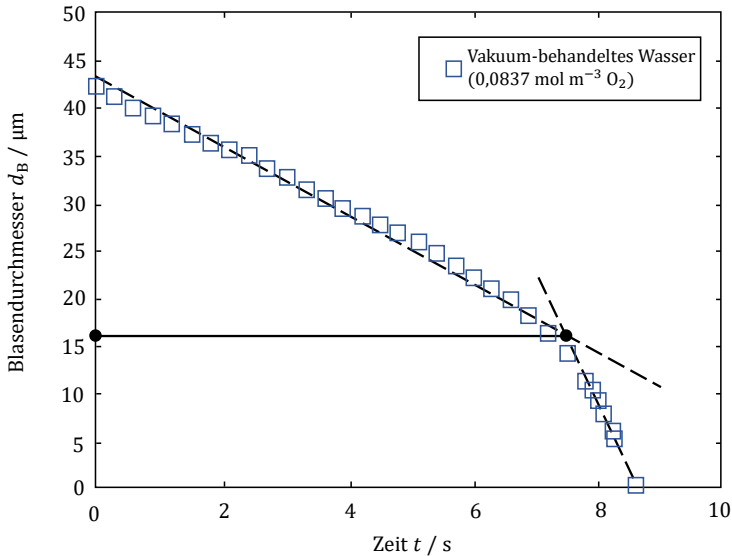


Abbildung 2-9 Schrumpfungprozess einer Sauerstoffblase in entgassem Wasser. [Eigene Darstellung in Anlehnung an Mat et al. 20]

Die Beschleunigung der Schrumpfrate ab einer kritischen Blasengröße von  $15 \mu\text{m}$  kann durch den zunehmenden Laplacedruck innerhalb der Blase, welcher den Stofftransport derweil dominiert, erklärt werden.

Durch die beschleunigte Schrumpfrate wird der Stofftransport effizienter. Nach dem kritischen Blasendurchmesser gilt eine 4-mal größere Schrumpfrate. Wird dies auf den Stofftransport übertragen, so gilt mit dem Volumen der Blasen ein kubischer Zusammenhang, so dass dies eine 64-mal höhere Stofftransportübertragungsrate zur Folge hat.

Nicht zu vernachlässigen ist hierbei jedoch die kontinuierliche abnehmende Oberfläche, welche den Stofftransport erschwert. Für eine erfolgreiche Wirkung ist somit eine hohe Anzahl von Blasen notwendig. [Mat et al. 20] Elementare Größen für den Stofftransport wie die Sättigungskonzentration  $c^*$  und weitere Stofftransportphänomene werden im folgenden Abschnitt 2.4 betrachtet.

## 2.4 Stofftransport

In dieser Arbeit bildet der Stofftransport ein essentielles Element für die Bewertung von Begasungseinrichtungen. Der Stofftransport beschreibt Transportphänomene einer oder mehrerer Komponenten innerhalb einer Phase oder durch Phasengrenzflächen. Der Stofftransport innerhalb einer Phase wird als Stoffübergang definiert, während der Stofftransport durch eine Phasengrenze als Stoffdurchgang bezeichnet wird. [Bae 12]

### 2.4.1 Diffusion und Konvektion

Die treibende Kraft für den Stofftransport ist in der Regel ein Konzentrationsgradient. Hier wandern die Komponenten von Regionen hoher Konzentration zu Regionen niedriger Konzentration. Ein Gleichgewicht hat sich gebildet, wenn ein Ausgleich der Konzentrationen erreicht ist. Im Stofftransport werden grundsätzlich zwei physikalische Transportphänomene unterschieden, zum einen die Diffusion und zum anderen die Konvektion. [Bae 12]

Anhand eines Beispiels soll zunächst die Diffusion verdeutlicht werden. Zwei unterschiedliche, räumlich getrennte Gase werden durch ein Rohr miteinander verbunden. Es kann eine freiwillige Durchmischung der Gase für  $t \rightarrow \infty$  beobachtet werden. Der Antrieb für die freiwillige Durchmischung ist die durch die Brown'sche Molekularbewegung verursachte Diffusion. Außerdem kann die Diffusion als eine makroskopisch wahrnehmbare Relativbewegung einzelner Komponenten charakterisiert werden. Den mathematischen Zusammenhang liefert das vereinfachte 1. Fick'sche Gesetz

$$\dot{n}_i = -\frac{D_i}{\delta_c} \cdot A \cdot \Delta c_i \quad (2.14)$$

für stationäre Fälle.  $\dot{n}_i$  steht dabei für den spezifischen übertragenden Stoffmengenstrom,  $D_i$  für den Diffusionskoeffizienten,  $\delta_c$  für die Filmdicke,  $A$  für die übertragende Fläche und  $\Delta c_i$  für das treibende Konzentrationsgefälle. [Bae 12]

Mit der Filmdicke und dem Diffusionskoeffizient wird der Stoffübergangskoeffizient  $\beta_i$

$$\beta_i = \frac{D_i}{\delta_c} \quad (2.15)$$

dargestellt. Der Stoffübergangskoeffizient ist ein Maß für den je Fläche übertragenden Volumenstrom und ist zudem abhängig von der Art der Strömung, den Stoffeigenschaften, der geometrischen Form des Systems sowie von dem Konzentrationsgradienten. Hierbei ist zu beachten, dass die Filmdicke häufig nicht bekannt ist und deshalb der Stoffübergangskoeffizient schwierig aus der Gleichung (2.15) berechnet werden kann. [Bae 12]

Nach dem 1. Fick'schen Gesetz ist der Stoffmengenstrom proportional zu dem Konzentrationsgradienten. Hier ist der Diffusionskoeffizient der Proportionalitätsfaktor und ein Maß für die Geschwindigkeit der Diffusion. Der Diffusionskoeffizient ist abhängig von einer Vielzahl von Faktoren wie der Temperatur, dem Aggregatzustand, von der diffundierenden Spezies sowie der Bulkphase in der die Diffusion stattfindet. [Bae 12]

Durch Konvektion beeinflusste Transportphänomene sind abhängig von der Art der Strömung und werden daher in freie Konvektion und erzwungene Konvektion unterteilt. Die freie Konvektion ist ein natürlicher Transportmechanismus, welcher häufig auf Dichteunterschiede zurückzuführen ist. Diese inneren Kräfte treten in Folge von Temperatur- oder Konzentrationsunterschieden auf. Bei der erzwungenen Konvektion hingegen stellen externe Kräfte wie eine dominierende Strömung die Ursache dar. Die konvektiven Transportphänomene überlagern in gerührten Rührkesseln die gleichzeitig stattfindende Diffusion. [Bae 12]

Trotzdem kann die Konvektion nicht isoliert betrachtet werden. Durch ein Zusammenspiel aus Diffusion und Konvektion müssen daher immer komplexe Transportprozesse betrachtet werden. Diese werden in der Regel mithilfe von dimensionslosen Kennzahlen gelöst wie zum Beispiel mit der Sherwoodzahl. [Bae 12] Die Grundlagen der Dimensionsanalyse werden in Abschnitt 2.4.3 näher betrachtet.

### 2.4.2 Zweifilmtheorie

Für die Beschreibung des Stofftransports über Phasengrenzen hinweg, werden zahlreiche Theorien wie beispielsweise die Penetrations-, die Oberflächenerneuerungs- oder die Grenzschichttheorie betrachtet. [Chr 10] Welche Theorie verwendet wird, wird nach Art des Problems entschieden. [Bae 12] Für Stofftransportphänomene zwischen Gas-/Flüssigphasen hat sich die Zweifilmtheorie bewährt. [Chr 10]

Die Zweifilmtheorie ist von Whitham und Lewis entwickelt worden. Grundsätzlich müssen hierbei drei Phasenwiderstände überwunden werden. Zunächst der Stoffübergang einer Komponente an die Phasengrenzfläche, dann der Widerstand für den Phasentransfer von der gasförmigen in die flüssige Phase und zuletzt der Stoffübergang bei Wanderung in die flüssige Phase. [Chr 10] Die Zweifilmtheorie geht davon aus, dass sich auf beiden Seiten der Phasengrenzfläche eine Konzentrationsgrenzschicht ausbildet. In dieser laminaren Grenzschicht erfolgt der Stofftransport ausschließlich durch molekulare Diffusion. [Sat 01]

In der Zweifilmtheorie werden des Weiteren folgende Annahmen getroffen:

1. Der Phasentransfer erfolgt im Vergleich zu Diffusionsvorgängen in Grenzflächen sehr schnell.
2. Es herrscht ein Phasengleichgewicht an der Phasengrenzfläche. [Sat 01]

Durch die 1. Annahme der Zweifilmtheorie ergibt sich, dass der Widerstand der Phasengrenzfläche gegenüber den gering ist. [Chr 10] Außerdem verläuft der Stofftransport von der gasförmigen Phase in die flüssige Phase schneller als die Wanderung durch die Gas- bzw. Flüssigphase. Dadurch kann der Widerstand an der Phasengrenze vernachlässigt werden und es kann angenommen werden, dass sich ein Gleichgewicht an der Phasengrenze einstellt. [Bae 12]

Außerhalb der Konzentrationsgrenzschichten erfolgt der Stofftransport innerhalb der Phase durch erzwungene Konvektion schnell. Die Konzentration im Kern der jeweiligen Phase kann so als konstant gemittelt werden. [Sat 01] Der Verlauf der mittleren Konzentration  $\bar{c}_G$  in der Gasphase

und der mittleren Konzentration  $\bar{c}_L$  in der Flüssigphase ist in Abbildung 2-10 gezeigt. Zudem sind die Grenzschichten der Gas- und Flüssigphase  $\delta_G$  und  $\delta_L$  dargestellt.

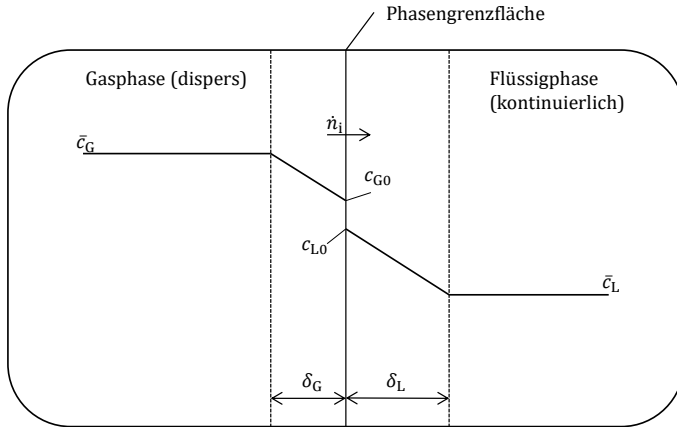


Abbildung 2-10 Konzentrationsverlauf einer Komponente von der Gasphase in die Flüssigphase nach der Zweifilmtheorie. [Eigene Darstellung in Anlehnung an Chr 10]

Die allgemeine Transportgleichung

$$\dot{n}_i = \beta_G \cdot (\bar{c}_G - c_{G0}) \quad (2.16)$$

gilt für den Stofftransport von der Gasphase an die Phasengrenzfläche.  $\dot{n}_i, \beta_G, \bar{c}_G, c_{G0}$  stehen dabei für den diffusiven, spezifischen Stoffmengenstrom, den Stoffübergangskoeffizient der Gasphase, die mittlere Konzentration im Kern der Gasphase und die Konzentration an der Phasengrenzfläche. [Sat 01] Analog dazu gilt für den ankommenden Stoff aus der Gasphase in die Flüssigphase

$$\dot{n}_i = \beta_L \cdot (c_{L0} - \bar{c}_L) \quad (2.17)$$

mit dem diffusiven, spezifischen Stoffmengenstrom  $\dot{n}_i$ , dem Stoffübergangskoeffizient  $\beta_L$  der Flüssigphase, der mittleren Konzentration im Kern der Flüssigphase  $\bar{c}_L$  und der Konzentration an der Phasengrenzfläche  $c_{L0}$ . [Sat 01]

Aufgrund der Annahme zur Einstellung des thermodynamischen Gleichgewichts an der Phasengrenzfläche kann die Gleichgewichtskonstante  $K^*$  [Sat 01]

$$c_{G0} = K^* \cdot c_{L0} \quad (2.18)$$

eingeführt werden. Die Gleichgewichtskonzentration  $c_L^*$  der Flüssigphase kann mit

$$\bar{c}_G = K^* \cdot c_L^* \quad (2.19)$$

beschrieben werden. Die Gleichgewichtskonzentration  $c_G^*$  für die Gasphase kann durch

$$\bar{c}_L = \frac{1}{K^*} \cdot c_G^* \quad (2.20)$$

dargestellt werden. [Sat 01] Durch Addition der Gleichungen (2.17) und (2.20) für die Flüssigphase wird die experimentell kaum bestimm- bare Konzentration an der Phasengrenze  $c_{L0}$  eliminiert. Folglich wird der diffusive, spezifische Stoffmengenstrom  $\dot{n}_i$  durch

$$\dot{n}_i = \left( \frac{1}{\beta_L} + \frac{1}{K^* \cdot \beta_G} \right)^{-1} \cdot (c_L^* - \bar{c}_L) \quad (2.21)$$

definiert. Hierbei wird der flüssigseitige Stoffdurchgangskoeffizient  $k_L$

$$\frac{1}{k_L} = \frac{1}{\beta_L} + \frac{1}{K^* \cdot \beta_G} \quad (2.22)$$

eingeführt. Der Stoffdurchgangskoeffizient ist das Maß für den Stofftransport über die Phasengrenze hinweg, zusammengesetzt aus den Einzelwiderständen. [Sat 12] Die Stoffübergangskoeffizienten der Einzelwiderstände können wiederum durch die Korrelationen der Sherwoodzahl  $Sh$  berechnet werden. Die dazugehörigen Grundlagen werden in Abschnitt 2.4.3 erklärt.

Für den globalen Stoffmengenstrom  $\dot{N}$  ergibt sich

$$\dot{N} = k_L a \cdot (c_L^* - \bar{c}_L) \cdot V_R \quad (2.23)$$

unter Berücksichtigung der spezifischen Phasengrenzfläche  $a$ . In den meisten Gas-/Flüssigsystemen ist der Gesamtstoffwiderstand

hauptsächlich durch den Widerstand der Flüssigphase gegeben. Zum Einem ist die gaseitige Diffusion schneller als die flüssigseitige Diffusion. Zum anderen können durch die geringe Gaslöslichkeit von Gasen nur geringe Mengen in der Flüssigkeit gelöst sein. Beim Vergleich von gaseitigen und flüssigseitigen Diffusionskoeffizienten und bei Betrachtung der hohen Henrykoeffizienten kann dieser Zusammenhang bestätigt werden. [Chr 10] Im Gas-/Flüssigsystem gilt daher häufig  $\beta_G \gg \beta_L$  und somit [Sat 12]

$$k_L \approx \beta_L \quad (2.24)$$

So wird der Stofftransport in Gas-/Flüssigsystemen mit dem flüssigseitigen Stoffdurchgangskoeffizient  $k_L$  und der spezifischen Phasengrenzfläche  $a$  beschrieben. Das Produkt wird als volumenspezifischer Stoffübergangskoeffizient  $k_L a$ -Wert bezeichnet. [Kra 12]

### 2.4.3 Dimensionslose Kennzahlen

Dimensionslose Kennzahlen bieten eine Möglichkeit der mathematisch vereinfachten Beschreibung der Stofftransportphänomene und zusätzlich ein Mittel zur Lösung komplexer Transportgleichungen. Des Weiteren wird eine Vergleichbarkeit von Systemen durch eine Entdimensionalisierung möglich. Durch die Reduktion der maßgebenden Einflussgrößen ergeben sich für den Stofftransport zwei wichtige Kennzahlen: die Schmidtzahl und die Sherwoodzahl. [Chr 10]

Durch die Dimensionsanalyse wird das Verhältnis aus Strömungs- und Konzentrationsgrenzschicht gebildet, welches Schmidtzahl  $Sc$

$$Sc = \frac{\nu}{D} \quad (2.25)$$

genannt wird. Hierbei ist  $\nu$  die kinematische Viskosität und  $D$  der Diffusionskoeffizient. [Chr 10] Die Schmidtzahl enthält ausschließlich Stoffwerte. [Bae 12]

Die Sherwoodzahl  $Sh$

$$Sh = \frac{\beta_i \cdot L}{D_i} \quad (2.26)$$

beschreibt das Verhältnis aus konvektivem und diffusivem Stofftransport. Hierbei ist  $\beta_i$  der Stoffübergangskoeffizient,  $L$  die charakteristische Länge und  $D_i$  der Diffusionskoeffizient. Die Abhängigkeit der Sherwoodzahl lässt sich mit

$$Sh = f(Re, Sc) \quad (2.27)$$

beschreiben. Der Zusammenhang für den Stofftransport an einer Phasengrenzfläche wird häufig als Potenzfunktion

$$Sh = \text{konst.} \cdot Re^m \cdot Sc^n \quad (2.28)$$

dargestellt. Hierbei steht  $Re$  für die Reynoldszahl,  $Sc$  für die Schmidtzahl,  $m$  und  $n$  sind Exponenten der dimensionslosen Zahlen und sind abhängig von der Geometrie des Systems und der Strömung. Sie können durch experimentelle und grafische Methoden bestimmt werden. [Chr 10]

Für praktisch relevante geometrische Anordnungen und Strömungsführungen sind Korrelationen in einschlägiger Literatur wie dem VDI-Wärmeatlas (2013) verfügbar. Mithilfe dieser dimensionslosen Kennzahlen und der zahlreichen Korrelationen können die komplexen Transportgleichungen gelöst werden.

#### 2.4.4 Gegendiffusion

Zur Analyse des Stofftransports bzw. zur Bestimmung des  $k_L a$ -Wertes in dispersen Systemen wird das zu untersuchende Flüssigkeitssystem meist durch ein Strippinggas desorbiert. Dieses Strippinggas ist in der Regel Stickstoff. Allerdings zeigt sich durch eine Variation des Strippinggases, dass dieses je nach Blasengröße einen Einfluss auf den  $k_L a$ -Wert hat und somit auch auf den Stofftransport. Dieser Effekt wird als Gegendiffusion bezeichnet. Allgemein findet bei der Gegendiffusion neben dem Stofftransport von der gasförmigen Komponente ins Medium, ein Stofftransport vom Strippinggas in die Gasblase statt. Dieses Phänomen verlangsamt den Schrumpfungsprozess der Gasblasen und somit den

Stofftransport. Außerdem wird durch das Strippinggas, welches in die Gasblase transportiert wird, der Sauerstoffpartialdruck innerhalb der Blase und in der Folge das treibende Gefälle reduziert. [Zia 19]

Die Gegendiffusion zeigt sich vor allem, wenn Gase eingesetzt werden, welche eine hohe Gaslöslichkeit in der Flüssigphase aufweisen. Folglich ist die Konzentration des Strippinggases im Medium nach dem Desorptionsvorgang auch höher. Durch das höhere Konzentrationsgefälle zwischen Gasblase und Dispersionsmittel ist die Gegendiffusion stärker ausgeprägt und der Schrumpfungsprozess ist entsprechend langsamer. [Zia 19] Folglich muss die Anwesenheit aller Gaskomponenten für die Bewertung des Stofftransports betrachtet werden. [Hos et al. 14]

Die Gegendiffusion tritt vor allem im Mikroblasenbereich auf. Hier hat der Blasendurchmesser einen größeren Einfluss auf den Stofftransport. Mit sinkendem Durchmesser und damit steigendem Laplacedruck beschleunigt sich der Stofftransport. Die Gegendiffusion lässt die Blasen allerdings deutlich langsamer schrumpfen, wodurch der Stofftransport langsamer abläuft. [Zia 19] Die weitere Analyse der Gegendiffusion und deren Einfluss auf den Stofftransport, ist fundamentaler Teil dieser Arbeit.

## 3 Materialien und Methoden

Das Ziel dieser Arbeit beschäftigt sich neben der Bewertung von drei Begasungseinrichtungen mit dem Einfluss der Entgasungsmethode auf die Stofftransportraten. Dafür befasst sich das folgende Kapitel mit dem Versuchsaufbau sowie der Versuchsdurchführung. Zudem werden die verwendeten Materialien und die angewendeten Methoden vorgestellt. Vor allem die verwendete Messtechnik ist für diese experimentelle Arbeit sowie die Versuchsüberwachung und die Charakterisierung des Systems über Messdaten ein essentieller Bestandteil.

### 3.1 Versuchsaufbau

Für alle Versuche wird ein zylindrischer Rührreaktor, aufgebaut nach DIN 28313, verwendet. Der verwendete Reaktor besteht aus Plexiglas und besitzt einen temperierbaren Doppelmantel. Eine Temperatursonde, über den Deckel verbunden mit einem Temperierungsapparat, dient zur Regelung der Temperatur. Des Weiteren bietet der Deckel mehrere Bohrungen zur Zuführung der weiteren Messtechnik, der Druckluft, der Strippinggase und des Rührers.

Zum Vergleich der verschiedenen Begasungseinrichtungen werden im jeweiligen Versuchsteil eine Opentube, ein L-Begaser oder ein Sinterstein eingesetzt. Für die Regelung der Gasvolumenströme von Luft wird ein Bronckhorst-Durchflussmesser verwendet. Mithilfe einer WTW-Sauerstoffsonde wird die Sauerstoffkonzentration im Medium gemessen. Zur Charakterisierung der Begasungseinrichtungen werden die volumenspezifischen Stoffdurchgangskoeffizienten  $k_L a$  bestimmt. Für die Messung der  $k_L a$ -Werte ist eine Desorption des Versuchsmediums z. B. über ein Strippinggas notwendig. Dieses Strippinggas wird über eine zusätzliche Opentube zugeführt. So können keine Rückstände des Strippinggases den  $k_L a$ -Wert beeinflussen. Die Grundlagen für die Bestimmung des  $k_L a$ -Wertes werden im Abschnitt 3.3 betrachtet. Neben den Stofftransportmessungen werden die Blasen über eine SOPAT-Sonde aufgenommen.

Bei der SOPAT-Sonde handelt es sich um ein endoskopisches Messsystem, welches zur Messung der Blasengröße über fotooptische Bilder verwendet wird. Das Objektiv der SOPAT-Sonde ist auf der gleichen Höhe eingebaut wie die Rushtonturbine. Hierdurch ist eine optimale Durchströmung während der gesamten Versuchsreihen gewährleistet. Eine mehrfache Aufnahme und Anhaftung von Blasen werden so reduziert. Die genaue Funktionsweise der Sonde wird im folgenden Abschnitt 3.2 betrachtet. Der schematische Versuchsaufbau inklusive Messtechnik ist als Fließbild in Abbildung 3-1 dargestellt.

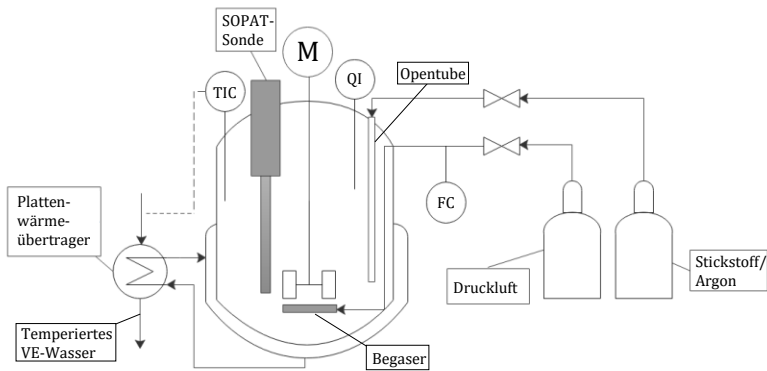


Abbildung 3-1 Schematischer Versuchsaufbau mit Messtechnik.

Die wichtigsten Abmessungen des Rührreaktors, der Rushtonturbine, der Strömungsbrecher sowie der verwendeten SOPAT-Sonde sind in Tabelle 3-1 gezeigt.

Tabelle 3-1 Abmessungen des verwendeten Rührreaktors, der Rushtonturbine, der SOPAT-Sonde und der Strömungsbrecher.

<b>Gerät</b>	<b>Parameter</b>	<b>Maße</b>
Rührreaktor	Reaktorvolumen	2 L
	Durchmesser	104 mm
	Höhe	300 mm
Rushtonturbine	Blattanzahl	6 [-]
	Durchmesser	54 mm
	Höhe über dem Boden	54 mm
SOPAT-Sonde	Spalt	4 mm
	Sichtfeld	2,7 mm
	Höhe über dem Boden	54 mm
Strömungsbrecher	Anzahl	3 [-]
	Breite	10 mm
	Länge	280 mm

## 3.2 SOPAT-Messmethode

Die SC Mesoskopsonde der Smart Online Particle Analysis Technology GmbH (SOPAT) wird zur Bestimmung der Blasengrößenverteilung verwendet. Diese stellt ein zentrales Element der zugrunde liegenden Arbeit dar. Diese SOPAT-Sonde arbeitet nach dem Prinzip der Bildanalyse für fotooptische Messsysteme und dient zur quantitativen Charakterisierung. [Sop 20] Die verwendete SOPAT-Sonde ist in Abbildung 3-2 dargestellt.



Abbildung 3-2 SC Mesoskopsonde von SOPAT.

Die SOPAT-Sonde bietet einen optischen Zugang für das zu untersuchende System. Hierfür wird der Außentubus der SOPAT-Sonde in das zu untersuchende Medium eingeführt. Die Sonde bietet einen Messbereich von 9 – 1.200  $\mu\text{m}$ , sowie ein Sichtfeld von 2,7 mm. [Sop 20] Im Anhang (A.1) sind weitere produktspezifische Informationen zu finden. Die Sonde arbeitet mit einem Stroboskop, wodurch fotooptische Bilder aufgenommen werden. Der einstellbare Abstand zwischen Objektiv und Reflektor ist eine Bedingung für die Aufnahme von verwertbaren Bildern. Ein Abstand von 4 mm erwies sich durch hohe Durchströmung und Anzahl der Blasen in der Fokusebene als zweckmäßig. Dieser Abstand ist in allen, hier aufgenommenen Versuchsreihen konstant. Weitere Einstellungen wie die Stroboskophelligkeit, der Fokus und die Belichtungszeit haben ebenfalls direkte Auswirkung auf die Qualität der Bilder und sind durch Voruntersuchungen optimal bestimmt worden.

Für die Auswertung der Bilder wird die SOPAT-Software verwendet. Diese arbeitet mit einem Suchalgorithmus nach dem Prinzip des supervised machine learnings zur Erkennung und Analyse der aufgenommenen Blasen. So werden im sogenannten Sampler in einem Datensatz von 10 Bildern die zu detektierenden Blasen manuell markiert. Hierdurch wird ein Muster generiert, um weitere Bilder zu analysieren und die Blasen in diesen zu identifizieren. [Sop 20]

Nach der erfolgreichen Analyse der Bilder werden alle Blasendurchmesser der detektierten Blasen einer Messung zusammengefasst. Diese dienen dann als Grundlage für die Berechnung von charakteristischen Größen und Blasengrößenverteilungen.

### 3.3 Bestimmung des $k_L a$ -Wertes

Der volumenbezogene Stoffdurchgangskoeffizient  $k_L a$  dient zur Charakterisierung des Stofftransports von der Gas- in die Flüssigphase. Der  $k_L a$ -Wert hängt von mehreren Faktoren wie der Rührleistung, der Temperatur, der Viskosität und der Reaktor- bzw. Rührergeometrie ab. Zur Bestimmung des  $k_L a$ -Wertes von Sauerstoff gibt es zahlreiche Methoden. [Zlo 99] Im Rahmen dieser Arbeit wird die dynamische Methode des Gasstrippings unter Verwendung von Sauerstoffsonden betrachtet.

Die Methode des Gasstrippings basiert auf der Messung der Sauerstoffkonzentration während eines Ab- oder Desorptionsvorgangs. [Zlo 99] Zu diesem Zweck wird ein Strippinggas in das Medium eingeführt und der gelöste Sauerstoff wird in die Gasphase überführt. Zusätzlich hierzu wird das Medium in dieser Arbeit durch Auskochen physikalisch entgast. Anschließend wird das Medium mit Sauerstoff begast, wobei die zeitliche Änderung der Sauerstoffkonzentration über eine Sauerstoffsonde gemessen wird.

Die theoretischen Grundlagen der zuvor beschriebenen Methode des Gasstripings ist die allgemeine Transportgleichung für den Stofftransport von Sauerstoff für den Übergang von der flüssigen in die gasförmige Phase. Die Transportgleichung folgt einem Zeitgesetz erster Ordnung

$$\frac{dc_{O_2}}{dt} = k_L a \cdot (c_{O_2}^* - c_{O_2}(t)) \quad (3.1)$$

unter Berücksichtigung von  $t$  als der Zeit,  $c_{O_2}^*$  als Gleichgewichtssauerstoffkonzentration und  $c_{O_2}(t)$  als zeitlich abhängige Sauerstoffkonzentration. Der  $k_L a$ -Wert steht für die entsprechende Zeitkonstante. [Dru et al. 15] Durch Trennung der Variablen und anschließender Integration mit  $c_{O_2}(t = 0) = c_{O_{2,0}}$  als Anfangskonzentration von Sauerstoff wird

$$-t \cdot k_L a = \ln \left( \frac{c_{O_2}^* - c_{O_2}(t)}{c_{O_2}^* - c_{O_{2,0}}} \right) \quad (3.2)$$

erhalten. Die halblogarithmische Auftragung der relativen Sauerstoffkonzentration über die Zeit erzeugt eine Gerade. Die Steigung der Gerade entspricht dem  $k_L a$ -Wert. [Dru et al. 15] Der  $k_L a$ -Wert wird im Rahmen dieser Arbeit zwischen  $c_{O_{2,0}} = 25\%$  und  $c_{O_2}(t_{\text{Ende}}) = 80\%$  ausgewertet.

### 3.4 Versuchsvorbereitung

Das Versuchsmedium für alle Versuchsteile der zugrunde liegenden Arbeit ist 2 L VE-Wasser. Zusätzlich wird das Tensid Triton X-100 in der kritischen Mizellenkonzentration von  $cmc = 0,24 \text{ mmol L}^{-1}$  hinzugefügt. Durch die Zugabe des Tensids werden die Blasen stabilisiert sowie reproduzierbare und konstante Versuchsbedingungen geschaffen.

Der temperierbare Wassermantel ermöglicht eine konstante Temperatur von  $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ . Die relevanten Stoffdaten des Versuchsmediums sind bei Versuchsbedingungen in Tabelle 3-2 dargestellt. Diese Stoffdaten wurden über die von VE-Wasser angenähert, während die Grenzflächenspannung direkt über ein Tensiometer gemessen wurde.

Tabelle 3-2 Stoffparameter für das Stoffsystem bei  $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$  und  $p = 100 \text{ kPa}$ , [VDI 13] die Grenzflächenspannung wurde über ein Tensiometer bei  $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$  und  $p = 101,0 \text{ kPa}$  gemessen.

Stoffparameter	Zahlenwert
Dynamische Viskosität $\eta_L$	$890 \cdot 10^{-6} \text{ Pa s}$
Dichte $\rho_L$	$997,05 \text{ kg m}^{-3}$
Kinematische Viskosität $\nu_L$	$893 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$
Diffusionskoeffizient $D_{\text{O}_2}$	$2,10 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$
Grenzflächenspannung $\sigma$	$38,9 \text{ mN m}^{-1}$

Zum Vergleich der drei Begaser wurden alle Versuche mit einem konstanten Leistungseintrag von  $P V^{-1} = 640 \text{ W m}^{-3}$  durchgeführt. Dazu wurde die Leistungskennzahl  $Ne$  über ein Drehmomentmessgerät bestimmt. Es herrschten die jeweiligen Versuchsbedingungen und es wurde ein Gasvolumenstrom von  $120 \text{ mL min}^{-1}$  für jeden der drei Begaser angelegt. Hier muss beachtet werden, dass lediglich beim Sinterstein die SOPAT-Sonde im Rührreaktor eingebaut war, während bei der Opentube und dem L-

Begaser die SOPAT-Sonde nicht verwendet wurde. Die bestimmten Newtonzahlen und die dazugehörigen Rührdrehzahlen sind in Tabelle 3-3 gezeigt. Darüber hinaus liegt bei allen drei Begasern bei genannten Versuchsbedingungen eine Reynoldszahl  $Re_R > 10.000$  vor.

Tabelle 3-3      Newtonzahl und dazugehörige Rührgeschwindigkeit für die drei Begaser.

<b>Begaser</b>	<b>Leistungskennzahl Ne [-]</b>	<b>Rührdrehzahl [rpm]</b>
Opentube	4,57	509
L-Begaser	4,63	506
Sinterstein (mit SOPAT-Sonde)	4,67	513

Für die Entgasung vom Medium durch Gasstripping werden die Stripppingase Stickstoff und Argon verwendet. Die unterschiedlichen Gaslöslichkeiten der Stripppingase und die Gaslöslichkeit von Sauerstoff sind bei Versuchsbedingungen in Tabelle 3-4 dargestellt.

Tabelle 3-4      Gaslöslichkeit der verwendeten Gasphasen in Wasser bei  $T = 25 \text{ °C}$  und  $p = 101,3 \text{ kPa}$ . [Taf 12]

<b>Gasphase</b>	<b>Gaslöslichkeit [mg L<sup>-1</sup>]</b>
Stickstoff	17,5
Sauerstoff	39,3
Argon	53,0

## 3.5 Versuchsdurchführung

Die experimentellen Untersuchungen zu den  $k_L a$ -Messungen werden im Folgenden beschrieben. Hierfür wird die Vorgehensweise zur Bestimmung der  $k_L a$ -Werte und der Blasengrößenverteilung betrachtet. Des Weiteren werden die Versuchsbedingungen während der Messungen beschrieben. Neben der Entgasung durch zwei unterschiedliche Strippinggase wird die Methode des Entgasens durch Auskochen vorgestellt.

### 3.5.1 Versuchsdurchführung mit Entgasung durch Gasstripping

Der Rührreaktor wurde zunächst mit 2 L Medium gefüllt und auf  $T = 25\text{ °C}$  temperiert. Diese Temperatur wurde während des gesamten Versuches konstant gehalten und gemessen. Während der Versuche herrschte ein Druckbereich von  $p = 101,1$  bis  $103,2$  kPa [Luf 20].

Das Reaktormedium wurde vor jedem Teilversuch mit Stickstoff oder Argon bis zu einer Sauerstoffsättigung von unter 10% gestrippt. Anschließend wurde über den jeweiligen Begaser Luft zugeführt. Hierbei wurde jeweils ein Gasvolumenstrom von 20, 40, 60, 80, 100, 120 mL  $\text{min}^{-1}$  angelegt. Für die Bestimmung des  $k_L a$ -Wertes wurde die Sauerstoffsättigung mittels der WTW-Sonde über die Zeit gemessen. Die Aufzeichnung der Sauerstoffsättigung verlief mit einer Frequenz von 1 Hz. Der  $k_L a$ -Wert wurde für jeden Begaser, Gasvolumenstrom und Strippinggas dreifach bestimmt und bezieht sich immer auf Sauerstoff als Übergangskomponente.

Für die  $k_L a$ -Messung wurde für jeden der drei Begaser und für jedes Strippinggas die Gleichgewichtssättigung  $c^*$  mit 120 mL  $\text{min}^{-1}$  bestimmt. Diese wurde erst nach Einstellung des thermodynamischen Gleichgewichts aufgenommen. Es ergab sich eine mittlere Gleichgewichtssättigung von  $c^* = 100,3\%$ , welche Basis zur Auswertung der  $k_L a$ -Werte war.

Für den Sinterstein wurden mit der SOPAT-Sonde zusätzlich die Gasblasen aufgenommen. Hierfür wurden während jeder  $k_L a$ -Messung im Sauerstoffsättigungsbereich von 20% – 80% alle 10 s 100 Bilder aufgezeichnet. Hierbei ist während aller Annahmen eine konstante Fokusposition verwendet worden.

#### **3.5.2 Versuchsdurchführung mit physikalischer Entgasung**

Neben der Variation des Strippinggases wurde ein physikalisch entgastetes Medium verwendet. Die physikalische Entgasung hat durch Auskochen stattgefunden. Hierfür wurden zunächst 2,7 L VE-Wasser erhitzt und dann für mindestens eine Minute gesiedet. Das siedende Wasser wurde in ein hitze- und druckbeständiges Gefäß überführt. Während der Überführung wurde das kochende Wasser mit Triton X-100 versetzt, so dass auch hier eine Konzentration von  $0,24 \text{ mmol L}^{-1}$  vorlag. Die Gefäße wurden undurchlässig verschlossen und in einem Wasserbad auf  $T = 25 \text{ °C}$  temperiert.

Durch eine Grenzflächenspannungsmessung über ein Tensiometer ohne und mit Erhitzung vom Triton X-100 wurde validiert, dass die Erhitzung des Triton X-100 keinen Einfluss auf die Grenzflächenspannung hat.

Anschließend wurden 2 L des temperierten Mediums über ein Ventil von unten in den Rührreaktor überführt. Im Rührreaktor wies das Medium in der Regel eine Anfangssauerstoffsättigung von 8% – 18% auf. Schließlich wurden  $k_L a$ -Messungen nach dem in Abschnitt 3.5.1 vorgestelltem Prinzip durchgeführt. Abweichend von diesem Prinzip wurden für die Opentube nur die Gasvolumenströme  $40, 80, 120 \text{ mL min}^{-1}$  durchgeführt. Der L-Begaser ist nicht mit physikalisch entgastem Medium betrachtet worden.

## 4 Ergebnisse und Diskussion

Im ersten Teil des Kapitels sollen die verwendeten Begasungseinrichtungen hinsichtlich des Stofftransports verglichen und bewertet werden. Dazu wird zunächst der volumenspezifische Stoffdurchgangskoeffizient  $k_L a$  der drei Begaser über dem Gasvolumenstrom betrachtet und diskutiert.

Im zweiten Teil des Kapitels wird der Einfluss der Entgasungsmethode auf den Stofftransport betrachtet, indem neben Stickstoff als Strippinggas Argon verwendet wird. Außerdem wird auch der  $k_L a$ -Wert von physikalisch entgastem Medium diskutiert. Des Weiteren werden charakteristische Größen wie der Modalwert von den Blasengrößenverteilungen bei unterschiedlichen Entgasungsmethoden, Gasvolumenströmen und Sauerstoffsättigungen bestimmt und erörtert. Die Grundlage hierfür bilden die bestimmten Messdaten der SOPAT-Sonde und die daraus ermittelten Blasengrößenverteilungen.

Im letzten Teil dieses Kapitels werden typische Stofftransportgrößen wie der Gasgehalt, der Sauterdurchmesser und die spezifische Phasengrenzfläche berechnet. Darüber hinaus wird der Einfluss der Entgasungsmethode auf den flüssigseitigen Stoffdurchgangskoeffizient  $k_L$  mithilfe der spezifischen Phasengrenzfläche bestimmt. Hieraus wird anschließend ein Modell zur Beschreibung des Einflusses der Entgasungsmethode auf den Stofftransport entwickelt.

### 4.1 Vergleich der Begaser hinsichtlich des Stofftransports

Zur Stofftransportanalyse der Opentube, des L-Begasers und des Sintersteins werden die  $k_L a$ -Werte betrachtet. Zunächst werden die unterschiedlichen Initialblasengrößen der drei Begaser vorgestellt und deren Einfluss auf den  $k_L a$ -Wert erklärt.

Die Opentube erzeugt die größte Initialblasengröße, während der Sinterstein die kleinsten Blasen (Mikroblasen) erzeugt. Der L-Begaser erzielt eine Initialblasengröße, welche zwischen den zuvor genannten Begasern

liegt. Durch die unterschiedlichen Initialblasengrößen und den damit verbundenen unterschiedlich großen Phasengrenzflächen ist zu erwarten, dass der Sinterstein die höchsten  $k_L a$ -Werte aufweist.

Die gemessenen  $k_L a$ -Werte der drei Begasungseinrichtungen sind in Abhängigkeit zum Gasvolumenstrom in Abbildung 4-1 gezeigt. Das Stripingas ist in diesem Fall Stickstoff. Die Versuchsbedingungen sind bereits in Kapitel 3 dargestellt worden.

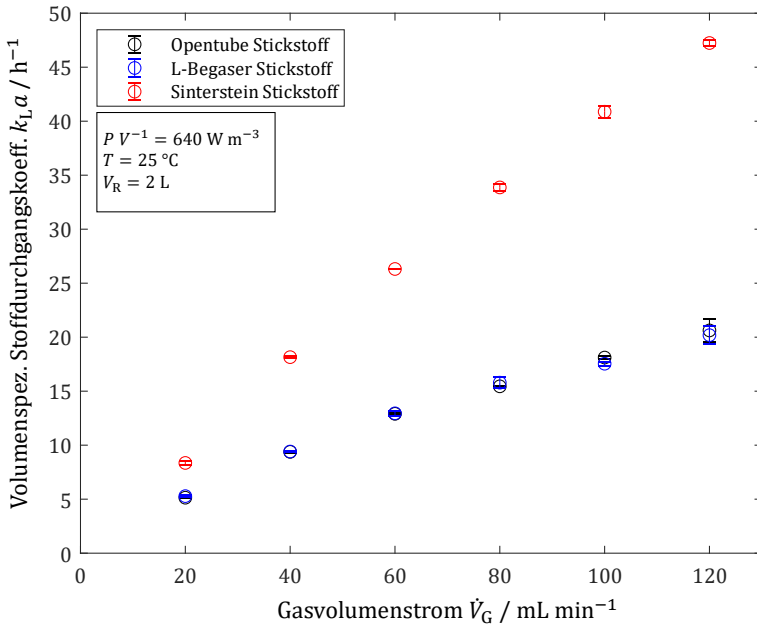


Abbildung 4-1  $k_L a$ -Werte von Opentube, L-Begaser und Sinterstein mit Stickstoff als Stripingas und konstantem Leistungseintrag.

Anhand von Abbildung 4-1 ist deutlich zu erkennen, dass bei allen drei Begasungseinrichtungen mit zunehmenden Gasvolumenstrom auch der  $k_L a$ -Wert steigt. Durch den höheren Eintrag von Gas ins System, wird auch der Stofftransport von der Gasphase in die Flüssigphase erhöht.

Außerdem zeigt sich in Abbildung 4-1, dass der Sinterstein die höchsten  $k_L a$ -Werte erreicht und die Opentube die niedrigsten  $k_L a$ -Werte. Entgegen der Erwartung weisen Opentube und L-Begaser gleiche  $k_L a$ -Werte auf.

Die absolute  $k_L a$ -Differenz zwischen der Opentube bzw. dem L-Begaser und dem Sinterstein beträgt  $22,8 \text{ h}^{-1}$  bei  $100 \text{ mL min}^{-1}$ . Die Opentube erreicht bei diesem Gasvolumenstrom lediglich 44% des  $k_L a$ -Wertes des Sintersteins. Durch die höheren  $k_L a$ -Werte muss beim Sinterstein nur ein Gasvolumenstrom von  $40 \text{ mL min}^{-1}$  angelegt werden, um denselben  $k_L a$ -Wert der Opentube bei  $100 \text{ mL min}^{-1}$  zu erhalten. So kann 60% der begasten Luft eingespart werden.

Aus den identischen Werten der Opentube und des L-Begasers kann geschlossen werden, dass die vorliegende Initialblasengröße bei dem hier gewählten Leistungseintrag nicht relevant ist. Dies gilt jedoch nicht für die Mikroblasen. Die Rushtonturbine zerschlägt die Blasen der Opentube auf die gleiche Größe wie die erzeugten Blasen des L-Begasers. Diese Blasengrößen lassen sich dem submilli-Regime zuordnen. Lediglich bei einem Mikroblasengenerator wie dem Sinterstein zeigt sich ein Effekt der Initialblasengröße auf den Stofftransport, da die Mikroblasen vom Rührer nur homogen im Reaktor verteilt werden. Durch die Mikroblasen ist die spezifische Phasengrenzfläche erhöht, was die höheren Stofftransportraten erklärt.

Weitere Gründe für die höheren  $k_L a$ -Werte sind die längeren Verweil- und Austauschzeiten der Mikroblasen im Medium. Außerdem ist bekannt, dass der Laplace-Druck im Inneren der Blasen den Sauerstoffpartialdruck erhöht, wodurch der Stofftransport bedingt durch den größeren Konzentrationsgradienten intensiviert wird.

Die Unterschiede im Stofftransport zwischen der Opentube bzw. dem L-Begaser und dem Sinterstein ließen sich bereits visuell qualitativ bestätigen. In Abbildung 4-2 sind die Opentube und der Sinterstein bei Versuchsbedingungen mit einem angelegten Gasvolumenstrom von  $120 \text{ mL min}^{-1}$  dargestellt. Repräsentativ für submilli-Blasen ist die Opentube links gezeigt und der Sinterstein für eine Mikroblasenbegasung rechts abgebildet.

Des Weiteren zeigt sich in Abbildung 4-2 vor allem bei der Mikroblasen-begasung die homogene Verteilung der Blasen über den gesamten Reaktor.

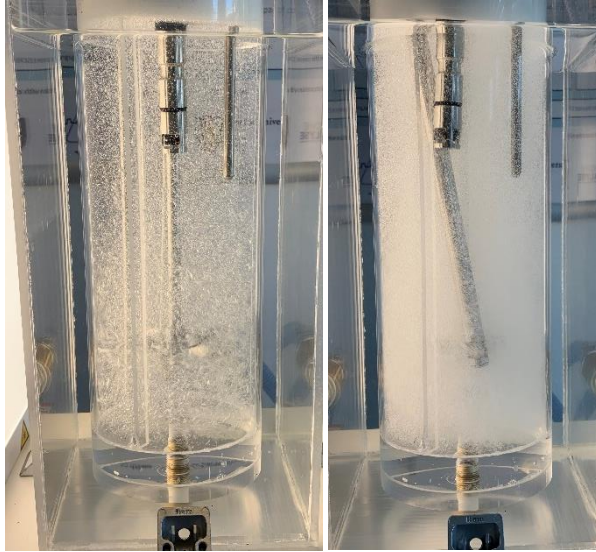


Abbildung 4-2 Rührreaktor im begasten Zustand mit  $120 \text{ mL min}^{-1}$ , mit Opentube (links) und Sinterstein (rechts).

Aufgrund der identischen Ergebnisse bei der Opentube und dem L-Begaser hinsichtlich des Stofftransportes werden in der folgenden Analyse der Gegendiffusion nur noch die Opentube und der Sinterstein betrachtet.

### 4.2 Betrachtung von Gegendiffusionseffekten

In diesem Abschnitt wird der Einfluss der Entgasungsmethode auf den Stofftransport betrachtet. Hierfür wird zum einen die Methode des Gasstrippings mit zwei unterschiedlichen Strippinggasen angewendet. Zum anderen wird auch bei physikalisch entgastem Medium der  $k_L a$ -Wert bestimmt.

In der folgenden Stofftransportanalyse werden die  $k_L a$ -Werte von der Opentube und dem Sinterstein miteinander verglichen und diskutiert.

Anschließend werden in Abschnitt 4.2.2 die Blasengrößenverteilungen für die Mikroblasenbegasung bei unterschiedlichen Gasvolumenströmen, Sauerstoffsättigungen und Entgasungsmethoden betrachtet.

### **4.2.1 Stofftransportanalyse**

Für die Betrachtung des Stofftransports bei Variation der Entgasungsmethode wird der  $k_L a$ -Wert mit zwei Strippinggasen sowie physikalisch entgastem Medium betrachtet. Die Strippinggase sind hierbei Stickstoff und Argon.

Die Entgasungsmethoden unterscheiden sich vor allem in der Art wie der Sauerstoff aus dem Medium entfernt wird. Beim Strippingvorgang laufen zwei simultane Vorgänge ab. Zum einen nehmen die Blasen den Sauerstoff aus der Flüssigkeit auf und entziehen ihn so der Flüssigphase. Zum anderen löst sich das Strippinggas gleichzeitig in der Flüssigkeit. Bei physikalischer Entgasung wird im Gegensatz dazu kein Strippinggas im Medium gelöst. Hier wird die Temperaturabhängigkeit der Gaslöslichkeit von Sauerstoff genutzt, welche mit zunehmender Temperatur im Medium sinkt.

Die gemessenen  $k_L a$ -Werte sind bei den drei, verwendeten Entgasungsmethoden für den Sinterstein und die Opentube über dem Gasvolumenstrom in Abbildung 4-3 gezeigt.

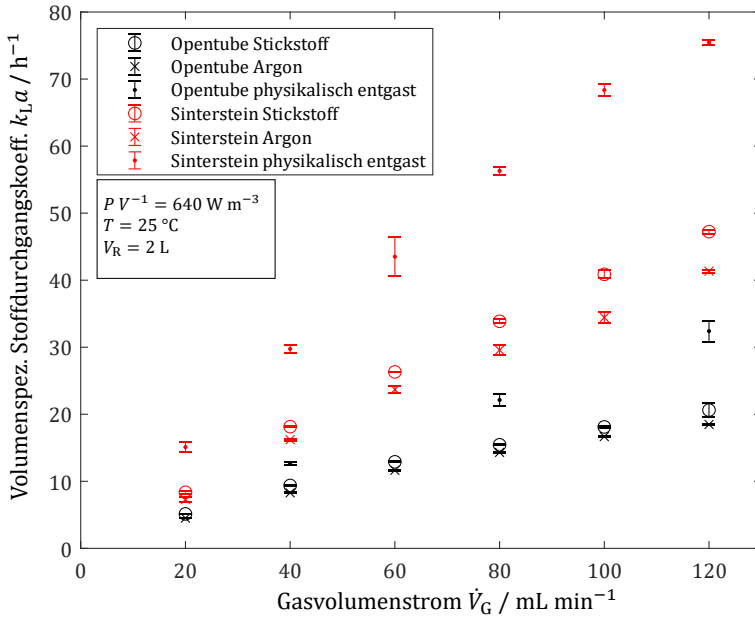


Abbildung 4-3  $k_L a$ -Werte von Opentube und Sinterstein mit Stickstoff und Argon als Strippinggas, sowie physikalisch entgastem Medium über dem Gasvolumenstrom.

In Abbildung 4-3 wird deutlich, dass die Methode der Entgasung einen Einfluss auf den  $k_L a$ -Wert hat. Neben den bedeutsamen Differenzen zwischen physikalisch entgastem und durch Gasstripping entgastem Medium fallen auch deutliche Differenzen zwischen den  $k_L a$ -Werten bei der Variation des Strippinggases auf.

Die  $k_L a$ -Werte liegen bei beiden Begasern für das mit Argon gestrippte Medium bei allen Gasvolumenströmen am niedrigsten. Der  $k_L a$ -Wert des physikalisch entgastem Mediums ist ebenfalls bei dem jeweiligen Begaser am höchsten. Bei der Betrachtung der beiden Strippinggase beträgt die mittlere Steigerung von Argon zu Stickstoff als Strippinggas bei der Opentube 11% und beim Sinterstein 14%. In der Folge zeigt sich ein Einfluss auf den Stofftransport bei unterschiedlichen Strippinggasen. Dieser Einfluss ist im Mikroblasenbereich prägnanter. Noch deutlicher

zeigt sich dieser größere Einfluss bei der Betrachtung von mit Stickstoff entgastem zu physikalisch entgastem Medium. Hier steigt bei der Opentube der  $k_L a$ -Wert bei einem Gasvolumenstrom von  $80 \text{ mL min}^{-1}$  um 43%. Beim Sinterstein liegt die Erhöhung bei gleichen Parametern bei 66%. Die Erklärung für den Einfluss der Entgasungsmethode auf den Stofftransport wird im Folgenden betrachtet. Darüber hinaus wird im weiteren Verlauf dieses Abschnitts die stärkere Änderung des  $k_L a$ -Wertes im Mikroblasenbereich diskutiert.

Für die Erläuterungen der zuvor beschriebenen Beobachtungen werden zunächst die stofflichen Eigenschaften der Strippinggase betrachtet. Stickstoff und Argon sind zwei Inertgase, welche sich vor allem in ihrer Gaslöslichkeit unterscheiden. So besitzt Argon eine 3-mal höhere Gaslöslichkeit in Wasser als Stickstoff.

Durch die höhere Gaslöslichkeit von Argon löst sich folglich mehr Argon als Stickstoff im Medium. Bei der  $k_L a$ -Messung ist die Verdrängung von Argon durch den Sauerstoff der Gasblasen im Vergleich zu Stickstoff entsprechend langsamer. Dies ist ein Grund für die niedrigeren  $k_L a$ -Werte bei mit Argon entgastem Medium.

Ein weiterer Effekt auf den  $k_L a$ -Wert ist die Gegendiffusion. Diese tritt sowohl bei Stickstoff, als auch bei Argon auf. Gegendiffusion bedeutet, dass neben Sauerstoff, welcher aus der Gasblase in die Flüssigphase diffundiert, auch Stickstoff bzw. Argon aus der Flüssigphase in die Gasphase transportiert wird. Notwendig für Stofftransport und somit für die Gegendiffusion ist ein entsprechender Konzentrationsgradient. So muss eine höhere Stickstoff- bzw. Argonkonzentration im Medium verglichen mit der Gasphase vorherrschen. Die, durch den Strippingvorgang erzeugte, höhere Stickstoff- bzw. Argonkonzentration innerhalb des Mediums ist der Grund für den Stofftransport in die Gasblase.

Die Gründe für die unterschiedlichen Stofftransporteigenschaften zwischen den zwei Strippinggasen werden im Folgenden weiter betrachtet. Zum einen ist aufgrund der höheren Gaslöslichkeit von Argon die Argonkonzentration  $c_{\text{Ar}}$  im Medium größer. Zum anderen ist der Argonpartialdruck  $p_{\text{Ar}}$  in der Luft, welche zum Begasen verwendet wurde, erheblich geringer als der Stickstoffpartialdruck  $p_{\text{N}_2}$ . Demzufolge ist der

Konzentrationsgradient zwischen Flüssig- und Gasphase deutlich höher als bei mit Stickstoff gestripptem Medium. Schließlich ist durch diese Gründe die Gegendiffusion bei mit Argon entgastem Medium entsprechend ausgeprägter. Im Gegensatz dazu nimmt physikalisch entgastes Medium in dieser Arbeit die Stellung des Referenzwertes ein, da hier kein Strippinggas im Medium gelöst wurde und so keine Gegendiffusionseffekte vorhanden sind. So sind die Stofftransportraten entsprechend erhöht.

Die zuvor beschriebenen Phänomene sind Ursache für die geringeren Stofftransportraten des Sauerstoffs. Die ausgeprägte Gegendiffusion durch die gelösten Strippinggase beeinflusst den Sauerstoffpartialdruck  $p_{O_2}$  in der Gasblase. Durch den Stofftransport vom Strippinggas in die Gasphase wird der Sauerstoffpartialdruck innerhalb der Gasblase kleiner, was bedingt durch den niedrigeren Sauerstoffgradienten geringere  $k_L a$ -Werte zur Folge hat. Der Mechanismus der Gegendiffusion ist in Abbildung 4-4 schematisch verdeutlicht.

Trotz des gleichzeitig auftretendem Gegendiffusionsvorgangs ist die dominante treibende Kraft der Gradient des Sauerstoffs, welcher in das Medium diffundiert.

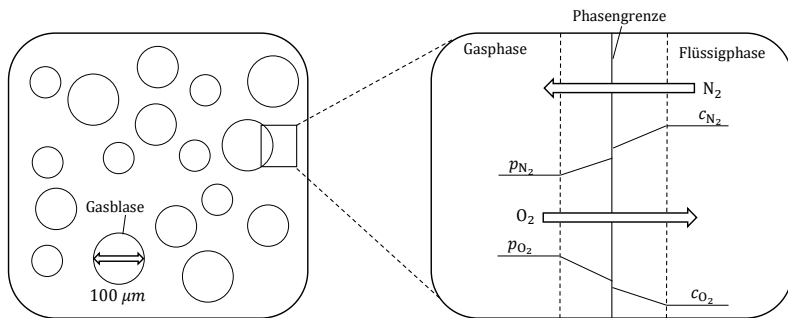


Abbildung 4-4 Schematische Darstellung der Gegendiffusion am Beispiel von Stickstoff ( $N_2$ ) als Strippinggas im Mikroblasenbereich, Stofftransport nach der Zweifilmtheorie von Whitham.

Ein Erklärungsansatz für den erhöhten Stofftransport im Mikroblasenbereich hat Iwakiri et al. (2017) aufgestellt. Diese Theorie kann ebenfalls zur Erläuterung der Gegendiffusionseffekte angewendet werden. Der Ansatz geht davon aus, dass Stofftransportraten nach einer kritischen Blasengröße von 15  $\mu\text{m}$  deutlich erhöht werden, so dass der Stofftransport im direkten Zusammenhang mit der Schrumpfrate der Mikroblasen steht. Der Stofftransport wird mit sinkendem Blasendurchmesser und damit steigendem Laplacedruck beschleunigt. Durch diese Theorie kann der größere Einfluss der Mikroblasen im Hinblick auf die Gegendiffusion erklärt werden. So bleiben die Mikroblasen durch die entgegengesetzte Diffusion des Strippinggases länger in einem vergrößerten Zustand, wodurch die Schrumpfrate der Gasblasen sinkt. Folglich nimmt bedingt durch den geringeren Laplacedruck der Sauerstoffpartialdruck zusätzlich ab, womit auch die Stofftransportrate gesenkt wird. Hierdurch kann die höhere Beeinflussung des  $k_L a$ -Wertes im Mikroblasenbereich auf die Art der Entgasung erklärt werden.

In Folge der Ergebnisse dieses Abschnitts kann als Hauptgrund für die niedrigeren Stofftransportraten bei gelösten Strippinggasen im Medium der geringere Sauerstoffpartialdruck in den Blasen identifiziert werden. In allen betrachteten Blasengrößen wird der Sauerstoffpartialdruck durch die Gegendiffusion beeinflusst. Lediglich im Mikroblasenbereich wird dieser durch die höhere Abhängigkeit zum Laplacedruck zusätzlich gesenkt.

Der Effekt der Gegendiffusion bei unterschiedlichen Entgasungsmethoden kann für den Stofftransport anschaulich aufgezeigt werden. Neben den  $k_L a$ -Messungen wurden für die Mikroblasenbegasung zusätzlich Messungen zur Blasengröße durchgeführt. Die bestimmten Blasengrößenverteilungen für den Sinterstein werden im Folgenden betrachtet.

## 4.2.2 Blasengrößenverteilung

Für eine Bestimmung des  $k_L$ -Wertes aus dem  $k_L a$ -Wert muss die spezifische Phasengrenzfläche  $a$  für jeden  $k_L a$ -Wert bestimmt werden. Dazu wird zunächst die Blasengrößenverteilung genauer betrachtet. Auf Grundlage der SOPAT-Messungen während der Begasung wird die

Abhängigkeit der Blasengrößenverteilung hinsichtlich der Reproduzierbarkeit über eine Dreifachmessung, des Gasvolumenstroms, der Sauerstoffsättigung und der Entgasungsmethode ausgewertet. Im folgenden Abschnitt 4.3 wird genauer auf die Abhängigkeit zwischen dem  $k_L$ -Wert und der Gaslöslichkeit des Strippinggases eingegangen.

In Abbildung 4-5 ist zunächst die logarithmische-Normalverteilung über dem Blasendurchmesser  $d_B$  bei einer Dreifachbestimmung dargestellt. Es war ein Gasvolumenstrom von  $80 \text{ mL min}^{-1}$  eingestellt bei einer Sauerstoffsättigung von 40% mit Stickstoff entgastem Medium.

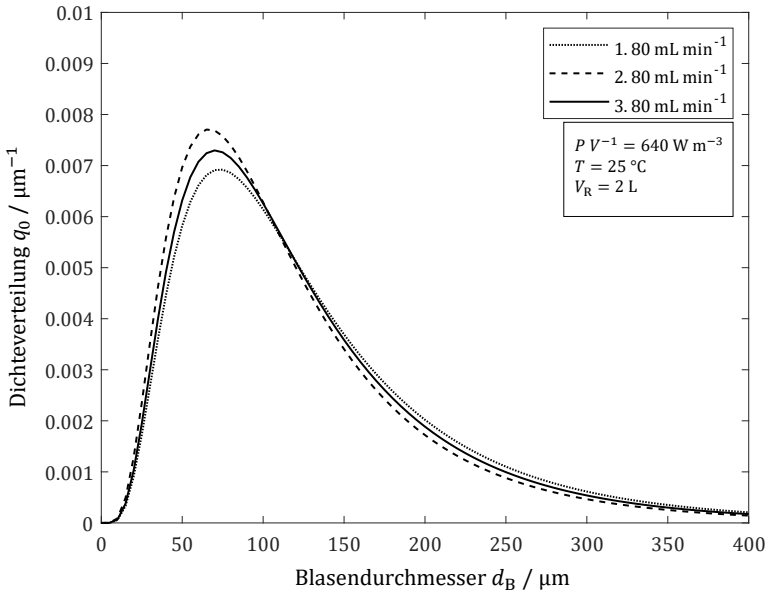


Abbildung 4-5 log-Normalverteilung des Blasendurchmessers bei drei Messungen bei  $80 \text{ mL min}^{-1}$  sowie einer Konzentration von 40% mit Stickstoff entgastem Medium.

Der Größenbereich des Blasendurchmessers aus Abbildung 4-5 befindet sich im Bereich von  $26,4 - 371 \mu\text{m}$ . Die schmale Blasengrößenverteilung aus Abbildung 4-5 deutet auf ein homogenes System hin. Dies bestätigt den qualitativen, visuellen Eindruck während der Messungen, welcher auch in Abbildung 4-2 gezeigt werden konnte.

Aufgrund der monomodalen Verteilung kann der Modalwert eindeutig bestimmt werden. Dieser beträgt ca.  $70 \mu\text{m}$  bei allen drei Messungen. Der größte Mengenanteil der Blasen ist unterhalb des Blasendurchmessers von  $100 \mu\text{m}$ , so dass durch den Sinterstein primär Mikroblasen erzeugt werden. Größere Blasen entstehen in diesem System durch Koaleszenz von Blasen direkt an der Sintersteinmembran. Es ist bekannt, dass durch die niedrige Grenzflächenspannung und die hohe Formstabilität der Mikroblasen die Koaleszenz von Blasen nach dem Abscheren der Blasen im Medium zu vernachlässigen ist.

Repräsentativ für alle durchgeführten Dreifachbestimmungen wird in Abbildung 4-5 deutlich, dass diese nahezu kongruent sind. Alle Maxima der drei Dichteverteilungen  $q_0$  liegen in derselben Größenordnung und es liegen nur geringe Abweichungen vor. Ferner kann auch die Reproduzierbarkeit dieser Messungen gezeigt werden.

Bei der Kurve der logarithmischen-Normalverteilung handelt es sich nur um eine Näherung, so dass hier Abweichungen entstehen können. Für die weitere Betrachtung dieser Schwankungen werden für die erste Messung aus Abbildung 4-5 ( $1.80 \text{ mL min}^{-1}$ ) die gemessenen Blasen fraktioniert. Die Ergebnisse sind als Histogramm mit den dazugehörigen Fehlerbalken sowie der logarithmische-Normalverteilung in Abbildung 4-6 dargestellt.

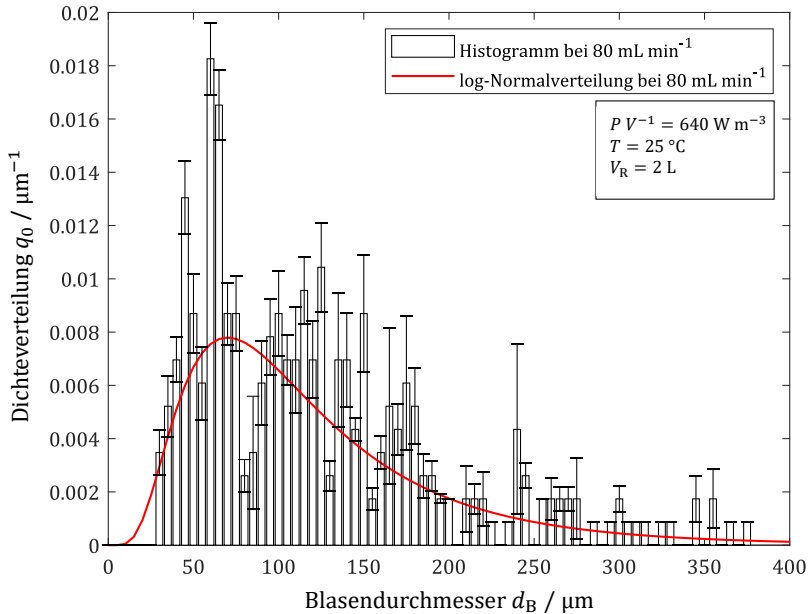


Abbildung 4-6 log-Normalverteilung mit Histogramm des Blasendurchmessers bei  $80 \text{ mL min}^{-1}$  sowie einer Sauerstoffsättigung von 40% mit Stickstoff entgastem Medium.

Abbildung 4-6 zeigt die Tatsache, dass es sich bei der logarithmischen Normalverteilung um eine Näherung an die tatsächlich gemessenen Blasen handelt. Außerdem sind die Messungen der Blasengröße lediglich Stichproben. Somit liegt eine Näherung an das Gesamtsystem vor und Schwankungen können erklärt werden. Trotz der Annäherung der logarithmischen-Normalverteilung liegen die Abweichungen in einem geringen Maße und es gilt eine hohe statistische Genauigkeit. Darüber hinaus kann dies über Abbildung 4-5 bestätigt werden, da hier trotz unterschiedlicher Datengrundlagen die tatsächlichen Abweichungen gering sind.

Nach diesen Ergebnissen kann für die Blasengrößmessungen im Mikroblassenbereich validiert werden, ob der Blasendurchmesser  $d_B$  über den Gasvolumenstrom konstant ist. Abbildung 4-7 zeigt die

logarithmische-Normalverteilung des Blasendurchmessers von den betrachteten Gasvolumenströmen bei der Gleichgewichtssättigung  $c^*$ .

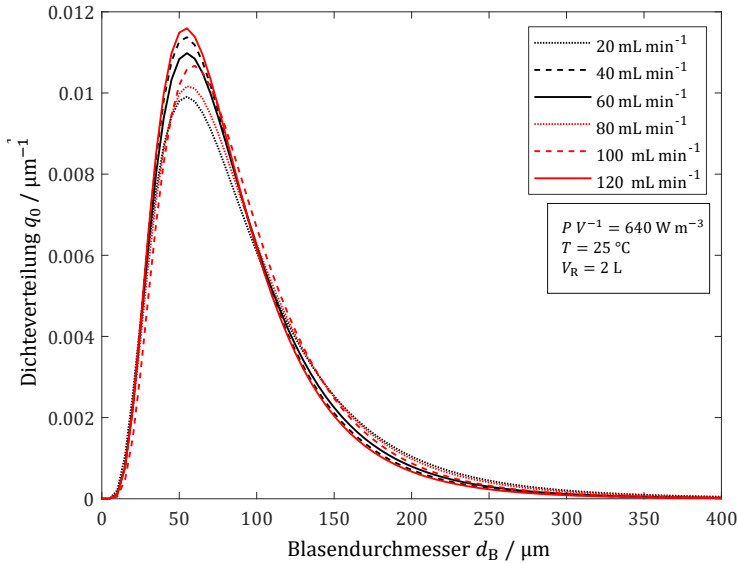


Abbildung 4-7 log-Normalverteilung des Blasendurchmessers über dem Gasvolumenstrom bei Gleichgewichtssättigung  $c^*$ .

Abbildung 4-7 zeigt, dass die Blasengrößenverteilungen über den Gasvolumenstrom konstant sind. Die theoretischen Grundlagen aus Abschnitt 2.3.2 können hierdurch bestätigt werden, da das Rührorgan bei einer Mikroblasenbegasung die Blasen homogen verteilt.

Außerdem weist die Verteilung die gleichen Eigenschaften wie Abbildung 4-5 auf. Lediglich der Modalwert ist um 14% reduziert und liegt durchschnittlich bei 60  $\mu\text{m}$ . Gründe für die Abweichung sind bereits an dem vorherigen Diagramm diskutiert worden.

Neben der Blasengrößenverteilung über den Gasvolumenstrom muss validiert werden, ob die Sauerstoffsättigung einen Einfluss auf die Größenverteilung der Mikroblasen besitzt. Zu dieser Thematik hat Ohde et al. (2020) bereits Untersuchungen der Blasengrößenverteilung

im submilli-Blasenbereich in der Größenordnung von  $300 \mu\text{m}$  durchgeführt. Als Übergangskomponente ist statt Sauerstoff Kohlenstoffdioxid verwendet worden. Hierbei wurde festgestellt, dass die Blasengrößenverteilung über die Kohlenstoffdioxidkonzentration shiftet und somit die Blasengrößenverteilung von dieser Konzentration abhängig ist.

Abbildung 4-8 zeigt die Blasengrößenverteilung bei den Sauerstoffsättigungen 20; 40; 60; 80; 100,3% auf. Es lag ein Gasvolumenstrom von  $20 \text{ mL min}^{-1}$  bei mit Stickstoff entgastem Medium an. Bei diesem Gasvolumenstrom war es am besten möglich ausreichend Blasen aufzunehmen ohne während der Aufnahme eine Sättigungsdifferenz von  $\pm 2\%$  zu überschreiten.

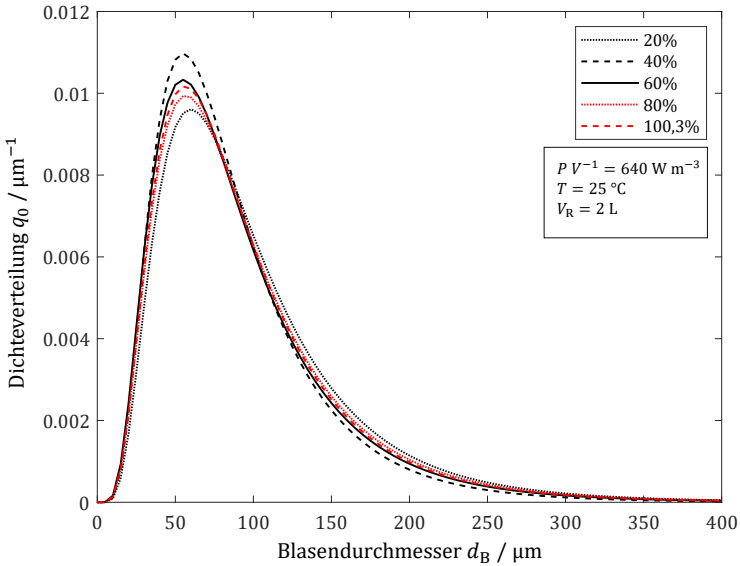


Abbildung 4-8 log-Normalverteilung des Blasendurchmessers bei  $20 \text{ mL min}^{-1}$  bei unterschiedlichen Sauerstoffsättigungen.

Die gleichen Eigenschaften wie die zuvor dargestellten Diagramme sind in Abbildung 4-8 zu sehen. Der Modalwert beträgt durchschnittlich  $58 \mu\text{m}$ .

Alle Blasengrößenverteilungen sind über die Sauerstoffsättigung von 20% bis 100,3% konstant. Folglich kann der Shift der Blasengrößenverteilung über die Sättigung, welcher für den submilli-Blasenbereich bereits bestimmt werden konnte, im Mikroblasenbereich nicht bestätigt werden. Ein Grund hierfür ist der schnellere Einlösevorgang der Mikroblasen im Gegensatz zu den submilli-Blasen. Hierdurch bildet sich ein Gleichgewicht hinsichtlich des Einlösevorgangs und der Blasenbildung am Sinterstein. Weitere Ursachen für das Gleichgewicht werden im Folgenden betrachtet.

Die Blasengrößenverteilung ist nach Abbildung 4-8 unabhängig von der Sauerstoffsättigung und die Blasen weisen eine konstante Blasengröße auf. Hieraus kann wiederum geschlussfolgert werden, dass sich beim Abscheren vom Begaser ins Medium hinsichtlich der Blasengröße ein Gleichgewicht eingestellt hat. Einen direkten Einfluss auf die Blasengröße hat der Stofftransport. So zeigt sich, dass der Stofftransport in die Gasblase und in die Flüssigphase bei den in Abschnitt 4.2.1 beschriebenen Gegendiffusionseffekten im Gleichgewicht ist.

Zur Verdeutlichung werden die beiden Sauerstoffsättigungen von 20% und 80% verglichen. Es liegt nahe, dass bei einer Sauerstoffsättigung von 20% der Konzentrationsgradient von Sauerstoff in die Flüssigkeit groß ist. Der Konzentrationsgradient vom Strippinggas in die Gasblase ist ebenfalls groß, da zu Beginn der Begasung noch der Großteil vom Strippinggas im Medium gelöst ist.

Während der Begasung wird durch jedes Sauerstoffmolekül, welches in die Flüssigphase transportiert wird, ein Strippinggasmolekül in die Umgebung verdrängt. Somit nimmt die Strippinggaskonzentration im gleichen Maße ab wie die Sauerstoffsättigung steigt. Folglich wird der Konzentrationsgradient für beide Komponenten mit der Begasung gleich schnell kleiner. Daraus resultiert, dass das gebildete Gleichgewicht hinsichtlich der Blasengröße und dem Stofftransport die Blasen unabhängig von der Sättigung auf einem gleichbleibenden Größenniveau hält.

Aufgrund des prägnanten Einflusses auf den  $k_L a$ -Wert bei Variation der Entgasungsmethode wird im Folgenden betrachtet, ob die Blasengrößenverteilung abhängig von der Art der Entgasung ist. In Abbildung 4-9 ist

die Blasengrößenverteilung bei  $80 \text{ mL min}^{-1}$  und 40% Sauerstoffsättigung bei den drei verwendeten Entgasungsmethoden gezeigt.

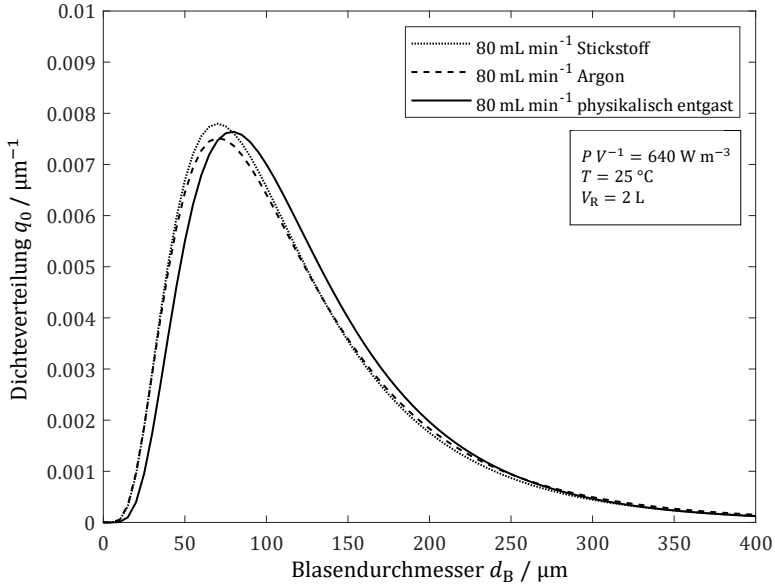


Abbildung 4-9 log-Normalverteilung des Blasendurchmessers bei drei Entgasungsmethoden bei  $80 \text{ mL min}^{-1}$  und bei 40% Sauerstoffsättigung.

Abbildung 4-9 stellt die gleichen Eigenschaften bzgl. der Blasengrößenverteilung dar und der Modalwert liegt bei durchschnittlich  $70 \mu\text{m}$ .

Durch die konstante Blasengrößenverteilung zeigt sich, dass die Blasengrößen nicht von der Entgasungsmethode abhängen. Auf der Grundlage der Ergebnisse dieses Abschnitts 4.2.2 kann die Blasengrößenverteilung auch unabhängig von der Sauerstoffsättigung und des Gasvolumenstroms angenommen werden. Diese Ergebnisse konnten für jegliche Messungen übertragen werden, so dass die Erkenntnisse als repräsentativ für die hier angewendete Mikroblasenbegasung gelten.

Aus dieser Beobachtung kann abgeleitet werden, dass die  $k_L a$ -Werte bei unterschiedlichen Gasvolumenströmen nur durch den höheren Gaseintrag bzw. die größere spezifische Phasengrenzfläche zustande kommen.

Die spezifischen Phasengrenzflächen sind über den jeweiligen Gasvolumenstrom konstant, so dass der Einfluss der Entgasungsmethode über den flüssigseitigen Stoffdurchgangskoeffizienten  $k_L$  quantifiziert werden kann. Hierfür wird im folgenden Abschnitt 4.3 zunächst über den Gasgehalt die spezifische Phasengrenzfläche bestimmt.

### **4.3 Modellbildung zur Beschreibung der Gegendiffusion**

In diesem Abschnitt werden die Stofftransportmessungen mit den Blasengrößenverteilungen verknüpft. So wird über die SOPAT-Messdaten zunächst der Gasgehalt  $\psi$  abhängig vom Gasvolumenstrom bestimmt. Anschließend wird mit dem Sauterdurchmesser  $d_{32}$  die spezifische Phasengrenzfläche  $a$  berechnet. So wird vom  $k_L a$ -Wert auf den flüssigseitigen Stoffdurchgangskoeffizienten  $k_L$  geschlossen.

Schließlich wird hieraus ein Modell zur Beschreibung der  $k_L$ -Werte in Abhängigkeit zur Gaslöslichkeit  $L$  des Strippinggases bzw. Entgasungsmethode entwickelt.

#### **4.3.1 Bestimmung des Gasgehalts und der spezifischen Phasengrenzfläche**

Für die Bestimmung der spezifischen Phasengrenzfläche muss zunächst der Gasgehalt bestimmt werden. Es wird hierfür die Tatsache genutzt, dass die SOPAT-Messungen alle mit einem definierten Messvolumen  $V_S$  durchgeführt worden sind. Auf Grundlage der Blasen in dieser repräsentativen Teilmenge soll auf den Gasgehalt des gesamten Systems geschlossen werden.

Durch zahlreiche Voruntersuchungen über die Höhe des Reaktors kann die Blasengrößenverteilung und der Gasgehalt über den Reaktor als konstant angenommen werden. Auch der qualitative, visuelle Eindruck der Mikroblasenbegasung und die konstanten Blasengrößenverteilungen bestätigen diese Annahme. Außerdem zeigte sich in Abschnitt 4.2.2 eine

schmale Blasengrößenverteilung, welche zusätzlich auf ein homogenes System hinweist.

Die SOPAT-Sonde hat während aller Versuchsteile eine Spaltöffnung von  $h_S = 4,00 \text{ mm}$  sowie ein Sichtfeld von  $d_S = 2,70 \text{ mm}$ . Mit

$$V_S = \frac{\pi}{4} \cdot d_S^2 \cdot h_S = 22,9 \text{ mm}^3 \quad (4.1)$$

kann das Messvolumen  $V_S$  der SOPAT-Sonde bestimmt werden. Für die Berechnung des Gasgehalts  $\psi$  gilt

$$\psi = \frac{V_{AB}}{V_S \cdot N_{\text{Bilder}}} \cdot x \quad (4.2)$$

unter Berücksichtigung von  $N_{\text{Bilder}}$  als Anzahl der Bilder. In den zugrunde liegenden Versuchsreihen ist  $N_{\text{Bilder}} = 100$ .  $x$  ist der Faktor für die nicht detektierten Blasen pro detektierte Blase, welcher im Folgenden weiter betrachtet wird. Zunächst wird für die Berechnung des Gasgehalts das Volumen aller Blasen  $V_{AB}$  im Messvolumen benötigt. Dieses berechnet sich über

$$V_{AB} = \sum \frac{\pi}{6} \cdot d_B^3 \quad (4.3)$$

$d_B$  steht dabei für den Blasendurchmesser einer detektierten Blase.

Die Größe  $x$  der Gleichung (4.2) ist ein Faktor, welcher sich darauf bezieht, dass nicht alle Blasen mithilfe der SOPAT-Software detektiert werden können. Gründe hierfür liegen vor allem in der Schärfe der Gasblasen, da nicht alle vorhandenen Blasen im Messvolumen in der Fokusebene liegen. Nichtsdestotrotz sind diese nicht detektierten Blasen relevant für die Berechnung des Gasgehalts. Der Faktor  $x$  beschreibt das Verhältnis aus nicht detektierten Blasen  $N_{NB}$  zu detektierten Blasen  $N_{DB}$  und ist somit ein Maß für die Anzahl von nicht detektierten Blasen pro detektierte Blase. Der Faktor ist über manuelles Auszählen der Blasen bestimmt worden. Für die Berechnung wurden die arithmetischen Mittel der Anzahl der detektierten bzw. nicht detektierten Blasen zugrunde gelegt.

Aufgrund der Erkenntnisse aus Abschnitt 4.2.2 sind die Blasengrößenverteilungen weder von der Sauerstoffsättigung, noch von der Entgasungsmethode abhängig. Deshalb kann für die Berechnungen zum Gasgehalt

bzw. zur spezifischen Phasengrenzfläche theoretisch jede SOPAT-Messung zugrunde gelegt werden. Bewusst sind hier die Messdaten des physikalisch entgasten Mediums bei 40% als Basis dargestellt. Der Anlass liegt hier vor allem in der Versuchsdurchführung.

Bei den Messungen, welche mit der Gasstrippingmethode durchgeführt wurden, wurde für die jeweilige Begasungseinrichtung und das Strippinggas dasselbe Medium verwendet. Durch Schaumbildung während der Versuchsdurchführung und die damit verbundenen Flüssigkeitsverluste sind hierbei minimale Unsicherheiten entstanden. Der Einfluss auf die  $k_L a$ -Werte und die Gasblasen durch die zuvor beschriebenen Ungenauigkeiten wird im Abschnitt 5.1 genauer betrachtet. Beim physikalisch entgasten Medium sind diese Unsicherheiten nicht vorhanden, hier musste für jede Messung ein neues, entgastes Medium verwendet werden.

Durch die Unabhängigkeit der Blasengrößen im Falle der Sauerstoffsättigung konnte die Wahl der Sauerstoffsättigung willkürlich festgelegt werden.

Zudem konnte im vorherigen Abschnitt 4.2.2 die Unabhängigkeit vom Gasvolumenstrom für die Blasengrößenverteilungen gezeigt werden. Der Gasgehalt und damit die spezifische Phasengrenzfläche ist aber durchaus von dem eingesetzten Gasvolumenstrom abhängig, da mit zunehmendem Gasvolumenstrom auch das Gasvolumen im Medium erhöht wird. So muss der Gasgehalt für jeden Gasvolumenstrom berechnet werden. In der Folge sind alle SOPAT-Messdaten bei 40% Sauerstoffsättigung für jeden Gasvolumenstrom des physikalisch entgasten Mediums ausgewertet worden. Die spezifische Phasengrenzfläche  $a$  kann anschließend mit dem Sauterdurchmesser und dem Gasgehalt über Gleichung (2.10) berechnet werden.

Die spezifische Phasengrenzfläche wird hierbei aus mehreren Größen berechnet, wobei die Größen Sauterdurchmesser  $d_{32}$  und Gasgehalt  $\psi$  Messabweichungen besitzen. Folglich besitzt auch die spezifische Phasengrenzfläche Messungenauigkeiten. Zur Bestimmung der Messabweichungen der spezifischen Phasengrenzfläche  $\sigma_a$  wird das Gauß'sche Fehlerfortpflanzungsgesetz

$$\sigma_a = \sqrt{\sum \left( \frac{\partial a}{\partial i} \cdot \sigma_i \right)^2} = \sqrt{\left( \frac{\partial a}{\partial d_{32}} \cdot \sigma_{d_{32}} \right)^2 + \left( \frac{\partial a}{\partial \psi} \cdot \sigma_{\psi} \right)^2} \quad (4.4)$$

angewendet. Die Grundlage ist Gleichung (2.10) unter der Annahme von unkorrelierten Messunsicherheiten. Hierbei sind  $\sigma_i$  die jeweiligen Unsicherheiten der fehlerbehafteten Größe  $i$ . [Gra 11] Die partiellen Ableitungen der fehlerbehafteten Größen sind durch

$$\frac{\partial a}{\partial d_{32}} = - \frac{6 \cdot \psi}{d_{32}^2} \quad (4.5)$$

$$\frac{\partial a}{\partial \psi} = \frac{6}{d_{32}} \quad (4.6)$$

spezifiziert.

In der nachfolgenden Tabelle 4-1 sind die arithmetischen Mittel für den Sauterdurchmesser  $d_{32}$ , den Gasgehalt  $\psi$  und die spezifische Phasengrenzfläche  $a$  bei den sechs verwendeten Gasvolumenströmen gezeigt. Die Unsicherheiten der spezifischen Phasengrenzfläche sind hierbei nach Gleichung (4.4) mit den Unsicherheiten vom Gasgehalt und Sauterdurchmesser berechnet worden. Die Abweichungen von Sauterdurchmesser und Gasgehalt beziehen sich auf die Standardabweichung einer Stichprobe über die jeweilige Dreifachbestimmung.

Tabelle 4-1 Gasgehalt und spezifische Phasengrenzfläche bei den sechs Gasvolumenströmen unter Versuchsbedingungen.

<b>Gasvolumenstrom</b> [mL min <sup>-1</sup> ]	<b>Sauterdurchmesser</b> $d_{32}$ [μm]	<b>Gasgehalt <math>\psi</math></b> [%]	<b>Spezifische Phasengrenzfläche <math>a</math></b> [m <sup>2</sup> m <sup>-3</sup> ]
20	108 ± 0,5	0,0518 ± 0,0044	28,8 ± 2,4
40	111 ± 2,9	0,0811 ± 0,0045	44,0 ± 2,7
60	127 ± 7,3	0,119 ± 0,0098	56,6 ± 5,7
80	126 ± 3,3	0,140 ± 0,0077	66,6 ± 4,1
100	130 ± 5,8	0,197 ± 0,010	90,9 ± 6,3
120	137 ± 7,0	0,237 ± 0,013	104 ± 7,6

Die Werte für den Gasgehalt und die spezifische Phasengrenzfläche aus Tabelle 4-1 sind über dem Gasvolumenstrom in Abbildung 4-10 veranschaulicht.

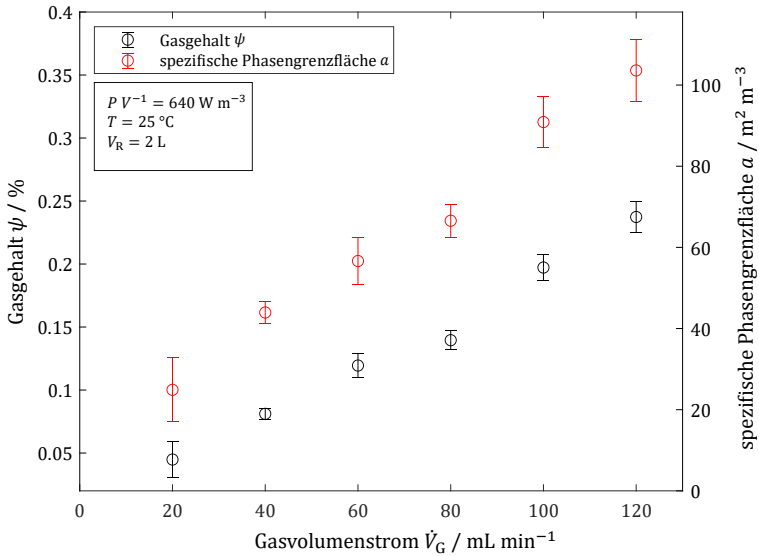


Abbildung 4-10 Gasgehalt und spezifische Phasengrenzfläche in Abhängigkeit zum Gasvolumenstrom.

Aus Abbildung 4-10 wird deutlich, dass mit linear zunehmendem Gasvolumenstrom auch der Gasgehalt sowie die spezifische Phasengrenzfläche linear zunimmt. Der Korrelationskoeffizient für die zuvor genannten Größen beträgt jeweils  $R^2 = 0,99$ . Als Maß für den linearen Zusammenhang ist dieser nahe 1, so dass die Daten linear korreliert sind. Dieser Trend zeigt somit die Möglichkeit der Berechnung der spezifischen Phasengrenzfläche über das vorgestellte Verfahren auf. Ein weiterer Grund hierfür zeigt sich bei den berechneten Unsicherheiten, welche maximal 5% betragen.

Durch den Faktor  $x$  wird die größte Unsicherheit in die Berechnung des Gasgehalts und damit der spezifischen Phasengrenzfläche gebracht. Die relevanten Aspekte werden hierzu in der Fehlerbetrachtung in Abschnitt 5.2 diskutiert.

### 4.3.2 Korrelation zur Beschreibung der Gegendiffusionseffekte

Die spezifische Phasengrenzfläche kann nach den Ergebnissen von Abschnitt 4.2.2 für jeden Gasvolumenstrom als konstant über die Entgasungsmethode angenommen werden. Mit den Daten der spezifischen Phasengrenzfläche  $a$  wird der  $k_L$ -Wert über die Gleichung

$$k_L = \frac{k_L a}{a} \quad (4.7)$$

bestimmt. Nach Tanaka et al. (2019) ist bekannt, dass bei Blasen größer als  $40 \mu\text{m}$  und mit immobiliser Grenzfläche der  $k_L$ -Wert konstant ist. Wie bereits in Abschnitt 4.2.2 gezeigt, weist der Großteil der Blasen eine Größe von über  $40 \mu\text{m}$  auf. Auch Blasen mit immobiliser Grenzfläche liegen hier vor, so dass der  $k_L$ -Wert über den Gasvolumenstrom konstant ist.

Folglich können die  $k_L$ -Werte nach Gleichung (4.7) für die betrachteten Gasvolumenströme für jede Entgasungsmethode berechnet werden. Die  $k_L$ -Werte werden anschließend über den Gasvolumenstrom arithmetisch gemittelt und sind somit für jede Entgasungsmethode charakteristisch. Alle berechneten  $k_L$ -Werte sind der Übersichtlichkeit halber im Anhang (A.2) gezeigt.

Für das arithmetische Mittel wird der  $k_L$ -Wert von  $20 \text{ mL min}^{-1}$  bei allen drei Entgasungsmethoden nicht berücksichtigt. Durch eine relative Abweichung von durchschnittlich 25% zu dem arithmetischen Mittel der restlichen  $k_L$ -Werte, ist dieser nicht mit den anderen vergleichbar. Die Abweichungen können zum einen durch den geringen Blasenanteil in den SOPAT-Messdaten erklärt werden. So sind nicht ausreichend Blasen vorhanden, um ein valides Ergebnis zu erhalten. Zum anderen ist bei diesem geringen Gasvolumenstrom nicht gewährleistet, dass die Mindestbelastung am Sinterstein anliegt, so dass alle Poren gleichmäßig durchströmt werden.

Der arithmetische Mittelwert der  $k_L$ -Werte für die unterschiedlichen Entgasungsmethoden sind in Tabelle 4-2 festgehalten. Die Unsicherheiten sind hierbei ebenfalls mithilfe des Gauß'schen Fehlerfortpflanzungsgesetzes auf Grundlage von Gleichung (4.7) berechnet worden. Die detaillierte Rechnung hierfür ist im Anhang (A.3) dargestellt.

Tabelle 4-2 Arithmetisch gemittelter  $k_L$ -Wert in Abhängigkeit zur Entgasungsmethode.

Entgasungsmethode	$k_L$ -Wert [ $\text{m h}^{-1}$ ]
Physikalisch entgast	$0,754 \pm 0,059$
Stickstoff	$0,458 \pm 0,034$
Argon	$0,402 \pm 0,031$

Aus Tabelle 4-2 folgt, dass die Stofftransportraten beim physikalisch entgasten Medium am höchsten sind, während das mit Argon gestrippte Medium die geringsten Stofftransportraten aufweist. Dies bestätigt den Trend der  $k_L a$ -Werte.

Zur weiteren Betrachtung der  $k_L$ -Werte und zur mathematischen Beschreibung der Gegendiffusionseffekte wird der Quotient aus dem jeweiligen  $k_L$ -Wert und der Referenzentgasung  $k_{L0}$ , in diesem Fall physikalisch entgastes Medium, gebildet. Der Quotient wird über die Gaslöslichkeit  $L$  der Strippinggase aufgetragen. Weil für die Referenzentgasung kein Gaslöslichkeitswert in Frage kommt, da kein Strippinggas im Medium gelöst war, wird hier die Gaslöslichkeit als  $L = 0 \text{ mg L}^{-1}$  angenommen. Darüber hinaus ist der Zusammenhang zwischen dem Quotienten  $k_L k_{L0}^{-1}$  und der Gaslöslichkeit über eine rationale Funktion angenähert worden. Die Werte  $k_L k_{L0}^{-1}$  und die Korrelation sind in Abbildung 4-11 dargestellt.

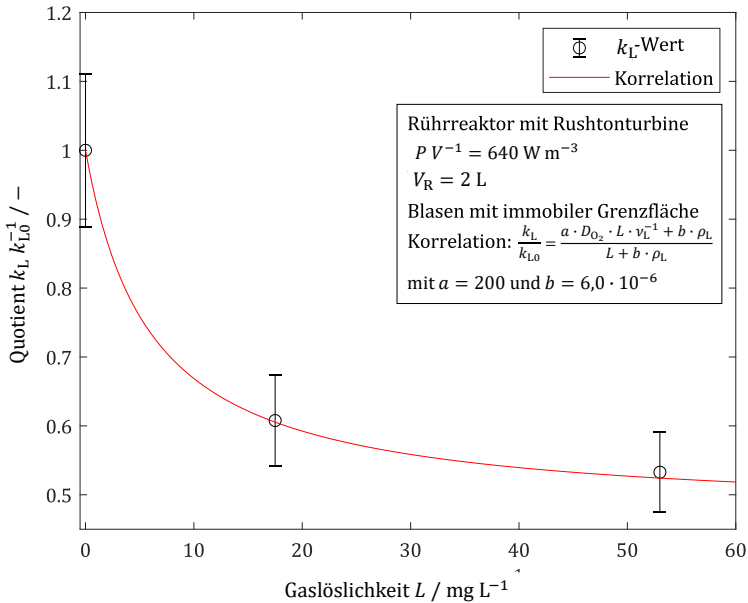


Abbildung 4-11  $k_L$ -Werte und Korrelation zu drei Entgasungsmethoden mit Argon und Stickstoff gestripptem Medium und physikalisch entgastem Medium über die Gaslöslichkeit.

Die Korrelation auf der Grundlage einer rationalen Funktion zur Beschreibung der Gegendiffusionseffekte ist durch

$$\frac{k_L}{k_{L0}} = \frac{a \cdot D_{O_2} \cdot L \cdot \nu_L^{-1} + b \cdot \rho_L}{L + b \cdot \rho_L} \quad (4.8)$$

definiert mit den systemabhängigen Parametern  $a = 200$  und  $b = 6,0 \cdot 10^{-6}$ .  $D_{O_2}$  ist der Diffusionskoeffizient von Sauerstoff im Medium,  $L$  die Gaslöslichkeit des Strippinggases,  $\nu_L$  die kinematische Viskosität der Flüssigphase und  $\rho_L$  die Dichte der kontinuierlichen Phase. Die systemabhängigen Parameter gelten für Blasen mit immobilisierenden Grenzflächen in einem Rührreaktor mit Füllvolumen von 2 L. Das Medium besteht aus VE-Wasser und Triton X-100 bei der kritischen Mizellenkonzentration. Der spezifische Leistungseintrag von  $640 \text{ W m}^{-3}$  wird durch eine Rushtorturbine in das Medium eingeführt.

Das Modell weist einen Korrelationskoeffizient  $R^2 = 1$  auf, so dass die  $k_L$ -Werte optimal beschrieben werden. Außerdem ist die Korrelation lediglich von Stoffdaten der kontinuierlichen Phase, vom Diffusionskoeffizient der übergehenden Komponente im Medium und der Gaslöslichkeit des Strippinggases abhängig. Der Diffusionskoeffizient der Flüssigphase ist verglichen mit dem der Gasphase geringer und damit maßgebend für die Stofftransportrate.

In dem Modell ist außerdem kein Einfluss des Sauterdurchmessers und somit der Blasengröße gegeben. Die Blasengröße nimmt in diesem Größenbereich für Mikroblasen mit immobiler Grenzfläche somit keinen Einfluss auf den  $k_L$ -Wert. Dies bestätigt wiederum das Paper von Tanaka et al. (2019). Die unterschiedlichen Blasengrößen werden somit in diesem System nur durch die spezifische Phasengrenzfläche quantifiziert. Durch diese zeigen sich auch die unterschiedlichen  $k_L$ -Werte bei unterschiedlichen Gasvolumenströmen.

## 5 Fehlerdiskussion

In diesem Kapitel werden mögliche Fehlerquellen beschrieben und diskutiert. Hierfür werden zunächst die Unsicherheiten während der Versuchsdurchführung beschrieben. Anschließend werden eventuelle Fehlerquellen bei der Auswertung dargestellt.

### 5.1 Versuchsdurchführung

Für die Charakterisierung des Systems sind verschiedene Messgeräte eingesetzt worden. Dazu gehörten der Bronckhorst-Durchflussmesser, eine Temperatursonde, ein Drehmomentmesser und die SOPAT-Sonde. Die Messungenauigkeiten dieser sind durch regelmäßige Kalibrierung, hohe Robustheit und Empfindlichkeit als gering zu bewerten. Es lagen lediglich leichte Temperaturschwankungen von  $\pm 0,5$  °C vor. Dies beeinflusste die temperaturabhängige Sauerstoffsättigung lediglich in geringem Maße, was durch die geringen Abweichungen der  $k_L a$ -Werte bestätigt wird.

Bei der SOPAT-Sonde war bedingt durch die Positionierung ein ständiger Durchfluss garantiert, so dass eine doppelte Aufnahme oder Anhaftung von Blasen vermieden wurde. Bestätigt wird dies durch die niedrigen Standardabweichungen bei der Dreifachbestimmung der Blasengrößenverteilungen.

Die  $k_L a$ -Messungen für die jeweils unterschiedlichen Begaser und Stripinggase sind für die sechs Gasvolumenströme mit demselben Medium direkt nacheinander durchgeführt worden. Während dieses Prozesses ist es beim Strippen des Versuchsmediums und bei Gasvolumenströmen von größer als  $100 \text{ mL min}^{-1}$  zu einer starken Schaumbildung gekommen. Diese führte wiederum zu einem geringen Flüssigkeitsverlust. Der Einfluss des Flüssigkeitsverlustes und der Schaumbildung werden im Folgenden diskutiert.

Grenzflächenspannungsmessungen vor und nach einer Messreihe zeigen, dass durch die Schaumbildung die Grenzflächenspannung im Medium zunimmt. So wird Triton X-100 über den Schaum aus dem Medium abgetragen. Abbildung 5-1 zeigt die Grenzflächenspannung des Mediums

vor und nach einer Messreihe sowie die Grenzflächenspannung von Wasser als Referenzwert über dem Oberflächenalter.

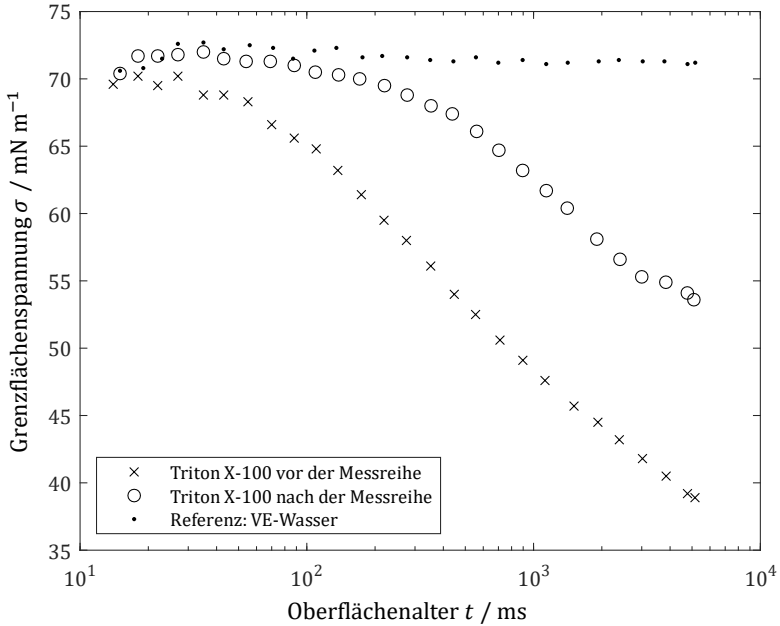


Abbildung 5-1 Grenzflächenspannung über dem Oberflächenalter für Triton X-100 vor und nach einer Messreihe und für VE-Wasser als Referenz.

Aus Abbildung 5-1 wird deutlich, dass die Grenzflächenspannung vor der Messreihe  $38,9 \text{ mN m}^{-1}$  beträgt, während diese nach der Messreihe einen Wert von  $53,6 \text{ mN m}^{-1}$  aufzeigt. Vergleichsmessungen vom Medium mit der Anfangsgrenzflächenspannung und einer höheren Grenzflächenspannung zeigten einen geringen Einfluss auf die  $k_L a$ -Werte und die Blasengrößenverteilungen. Bestätigt wird dies durch die Erkenntnisse in Abschnitt 4.2.2, da die Blasengrößenverteilungen durchgängig konstant sind. Aufgrund der hohen Tensidkonzentration sind noch ausreichend Tenside vorhanden, um die Blasen weiterhin zu stabilisieren. Die Änderung der Grenzflächenspannung befindet sich in einem nicht relevanten Maß, so dass der Einfluss auf die Messdaten als gering einzuschätzen ist.

## 5.2 Auswertung

Für die Auswertung ist zum einen die SOPAT-Analysesoftware verwendet worden. Zum anderen ist die manuelle Bestimmung des Gasgehalts eine mögliche Quelle für Abweichungen.

Die SOPAT-Analysesoftware erzeugte nur wenige Unsicherheiten. Durch den erstellten Sampler erkannte die Software größtenteils nur Blasen in der Fokusebene. Durch die sphärischen Blasen konnten auch die Blasengrößen zuverlässig bestimmt werden. Zwar konnten nicht nur scharfe Blasen von der SOPAT-Software erkannt werden, allerdings folgt durch die große Anzahl an erkannten Blasen eine hohe statistische Sicherheit und der Einfluss einer außerhalb der Fokusebene liegenden Blase oder einer nicht erkannten Blase wird reduziert.

Die größte Unsicherheit liegt bei der Bestimmung des Gasgehalts vor. Hierfür musste neben den Blasengrößen die Anzahl der detektierten und nicht detektierten Blasen manuell bestimmt werden. Die Bestimmung der nicht detektierten Blasen hat durch teilweise Überlappung mehrere Blasen Ungenauigkeiten erzeugt. Mit zunehmendem Gasvolumenstrom ist ebenfalls die Anzahl der Überlappungen gestiegen. In Abbildung 5-2 ist ein Beispielbild aus den zugrunde liegenden Messungen mit der zuvor beschriebenen Problematik gezeigt.

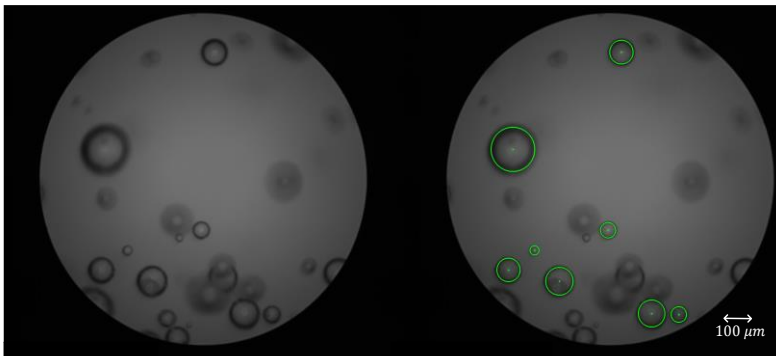


Abbildung 5-2 Fehlerbild für überlappende Blasen, von der SOPAT-Software detektierte Blasen in grün.

Neben der Überlappung der Blasen wird nur die Anzahl der nicht detektierten Blasen erfasst. Allerdings wird nicht die unterschiedliche Größe der Blasen berücksichtigt. Für die nicht detektierten Blasen ist dies auch nicht zuverlässig möglich, denn durch die Unschärfe kann die reale Größe nicht bestimmt werden. Dieser Einfluss kann auch hier durch eine große Anzahl von ausgewerteten Bildern minimiert werden. Trotz der zuvor genannten Gründe sind die Standardabweichungen für den Gasgehalt gering, was für die Zuverlässigkeit und Reproduzierbarkeit der Methode spricht.

Eine Alternative zur Bestimmung des Gasgehalts ist das Ablesen der Füllstandsänderung vor und nach der Begasung im Reaktor. Bei dem größten betrachteten Gasvolumenstrom beträgt die Füllstandsänderung im verwendeten 2 L Rührreaktor lediglich 0,020 mm. Die Schaumbildung erschwert das Ablesen zusätzlich, so dass diese Methode erheblich größere Fehlerpotentiale aufweist.

## 6 Fazit

Das primäre Ziel dieser Arbeit ist die Betrachtung des Stofftransports bei der Variation der Entgasungsmethode unter der Berücksichtigung von Gegendiffusionseffekten. Die Grundlage bildete ein Rührreaktor mit einer Rushtonturbine. Als Versuchsmedium wurde 2 L VE-Wasser mit Triton-X 100 in der kritischen Mizellenkonzentration verwendet. Zunächst werden die drei Begasungseinrichtungen hinsichtlich des Stofftransports bewertet.

Bei den drei betrachteten Begasungseinrichtungen handelt es sich um die Opentube, den L-Begaser und den Sinterstein, welche sich primär durch ihre Initialblasengröße differenzieren lassen. Opentube und L-Begaser als Vertreter der submilli-Blasen sind hinsichtlich des Stofftransports und des spezifischen Leistungseintrags von  $P V^{-1} = 640 \text{ W m}^{-3}$  äquivalent. Dieser Leistungseintrag ist durchaus üblich für biologische Anwendungen, bei welchen der Leistungseintrag häufig durch empfindliche Mikroorganismen oder Enzyme limitiert ist. Durch die zuvor beschriebenen Erkenntnisse kann unter den Versuchsbedingungen eine wartungsfreiere, konstruktiv einfachere und günstigere Opentube eingesetzt werden.

Des Weiteren zeigen sich prägnante Unterschiede zwischen der Opentube und dem Sinterstein. Der Sinterstein erzeugt größtenteils Blasen mit einem Durchmesser kleiner als  $100 \mu\text{m}$ . Durch die große spezifische Phasengrenzfläche und die langen Verweilzeiten führt dieser so zu den höchsten Stofftransportraten, welche durchschnittlich um 106% höher als die der Opentube sind. Ein weiterer Grund für die erhöhten Stofftransportraten ist der erhöhte Sauerstoffpartialdruck innerhalb der Mikroblase, welcher durch den höheren Laplacedruck erzeugt wird.

Neben der häufig verwendeten Methode des Gasstrippings mit Stickstoff wurde Argon als Strippinggas und physikalisch entgastes Versuchsmedium betrachtet. Es zeigt sich, dass die Art der Entgasungsmethode, sowohl im submilli-Blasenbereich, als auch im Mikroblasenbereich einen erheblichen Einfluss auf den Stofftransport hat.

Die Entgasung mit Argon weist die geringsten  $k_L a$ -Werte auf, während das mit Stickstoff gestrippte Medium durchschnittlich 13% höhere  $k_L a$ -

Werte liefert. Die höchsten Stofftransportraten für den jeweiligen Begaser weist das physikalisch entgaste Medium auf. Der Einfluss auf die Entgasungsmethode ist für Mikroblasen stärker vorhanden als für submilli-Blasen. Aufgrund der größeren Abhängigkeit des Stofftransports zum Laplacedruck bzw. zur Blasengröße sind Mikroblasen stärker von der Entgasungsart abhängig.

Die Hauptursache für den negativen Einfluss auf den Stofftransport ist die Gegendiffusion. Hierbei findet bei dem Stofftransport vom Sauerstoff in die kontinuierliche Phase, ein gleichzeitiger Stoffübergang von dem jeweiligen gelösten Strippinggas in die Gasblase statt. Als Grund in allen Blasenbereichen konnte der dadurch niedrigere Sauerstoffpartialdruck in der Gasblase identifiziert werden. Mit höherer Gaslöslichkeit des Strippinggases steigen die Gegendiffusionseffekte, während die Sauerstoff-Stofftransportrate sinkt. Das physikalisch entgaste Medium zeigt somit  $k_L a$ -Werte, welche nicht von Gegendiffusionseffekten beeinflusst sind.

Neben den Stofftransportmessungen sind die Blasengrößenverteilungen während der Begasung bestimmt worden. Über diese Messungen konnten für die Mikroblasenbegasung die Unabhängigkeit der Blasengrößenverteilungen vom Gasvolumenstrom, der Sauerstoffsättigung und der Art der Entgasungsmethode dargelegt werden. Aufgrund dieser Ergebnisse ist die spezifische Phasengrenzfläche für jeden Gasvolumenstrom über die Entgasungsmethode konstant. Aus den  $k_L a$ -Werten und der spezifischen Phasengrenzfläche sind die für die Entgasungsmethode charakteristischen  $k_L$ -Werte bestimmt worden. Auf Grundlage der  $k_L$ -Werte konnte ein Modell zur Beschreibung der Gegendiffusion in Abhängigkeit zur Gaslöslichkeit der Strippinggase entwickelt werden.

Abschließend zeigt sich, dass selbst die etablierte und häufig verwendete Methode des Gasstripings regelmäßig kritisch hinterfragt werden muss. Durch die deutlich erhöhten Stofftransportraten auch bei konventionellen Begasungseinrichtungen zeigt sich das enorme Potential von Entgasungsmethoden ohne das Lösen eines Gases zur Verdrängung des Sauerstoffs im Medium. Es wird die Relevanz der Entgasungsart und somit der Einfluss aller im Medium gelösten Komponenten auf den Stofftransport deutlich.

## 7 Ausblick

Der Einfluss der Entgasungsmethode auf den Stofftransport konnte in der vorliegenden Arbeit dargestellt werden. Eine intensiviere Betrachtung dieser Thematik muss durchgeführt werden, um das Verständnis über die Gegendiffusion zu verbessern und so den Stofftransport zu intensivieren. Hierfür sollten weitere Entgasungsmethoden und Strippinggase und deren Einfluss analysiert werden. Ferner sollten weitere Stoffsysteme, welche sowohl eine Variation der kontinuierlichen, als auch der dispersen Phase beinhalten, untersucht werden. Außerdem sollten die apparativen Ausführungen, die Initialblasengrößen und der Leistungseintrag variiert werden, um die Geltungsbereiche der Korrelation zu erweitern.

Ein weiterer wichtiger Aspekt ist die Entwicklung eines genaueren Verfahrens zur Bestimmung des Gasgehalts bzw. der spezifischen Phasengrenzfläche. Das verwendete Verfahren erzeugte in dieser Arbeit Unsicherheiten bei der Auswertung. Allerdings ist die Bestimmung der spezifischen Phasengrenzfläche notwendig, um den Einfluss der Entgasungsmethoden unabhängig von der spezifischen Phasengrenzfläche zu quantifizieren.

Das hier betrachtete System neigte aufgrund des zugefügten Tensids zu einer starken Schaumbildung. Deshalb sollten zusätzliche Maßnahmen zur Vermeidung der Schaumbildung gefunden werden, welche keinen Einfluss auf die Blaseneigenschaften und die Stofftransportraten haben.

## Literaturverzeichnis

- [Bae 16] Baehr, H. D.: Wärme- und Stoffübertragung. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2016.
- [Bre et al. 98] Bredwell, M. et al.: Mass-Transfer Properties of Microbubbles, 1998.
- [Chm et al. 18] Chmiel, H. et al.: Bioprozesstechnik. Springer Berlin Heidelberg, München, 2018.
- [Chr 10] Christen, D. S.: Praxiswissen der chemischen Verfahrenstechnik. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2010.
- [DIN 92] DIN: DIN 28131/05.76, Rührer und Stromstörer für Rührbehälter. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 1992.
- [DIN 18] DIN: DIN 9276-2, Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen – Teil 2: Berechnung von mittleren Partikelgrößen/-durchmessern und Momenten aus Partikelgrößenverteilungen. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2018.
- [Gra 11] Grabe, M.: Grundriss der Generalisierten Gauß'schen Fehlerrechnung. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2011.
- [Hem 11] Hemming, W.: Verfahrenstechnik. Vogel, Würzburg, 2011.
- [Hos et al. 14] Hosoda, S.: Mass transfer from a bubble in a vertical pipe, 2014.
- [Iwa et al. 17] Iwakiri, M. et al.: Mass Transfer from a Shrinking Single Microbubble Rising in Water, 2017.
- [Kra 02] Kraume, M.: Mischen und Rühren. Wiley-VCH, Weinheim, 2002.
- [Kra 12] Kraume, M.: Transportvorgänge in der Verfahrenstechnik. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2012.
- [Luf 20] [www.luft.hamburg.de/clp/luftdruck/clp1](http://www.luft.hamburg.de/clp/luftdruck/clp1), Letzte Einsicht: 18.09.2020, 12:09 Uhr.

- [Mat et al. 20] Matthes, S. et al.: Hydronamic and Mass Transfer Correlation in a Microbubble Aerated Stirred Tank Reactor, 2020.
- [Ohd et al. 20] Ohde, D. et al: Microbubble Enhanced Mass Transfer Efficiency of CO<sub>2</sub> Capture Utilizing Aqueous Triethanolamine for Enzymatic Resorcinol Carboxylation, 2020.
- [Sat 16] Sattler, K.: Thermische Trennverfahren. Wiley-VCH, Weinheim, 2016.
- [Sch 05] Schubert, H.: Handbuch der Mechanischen Verfahrenstechnik. Wiley-VCH, Weinheim, 2005.
- [Sch 14] Schwister, K.: Verfahrenstechnik für Ingenieure: Ein Lehr- und Übungsbuch. Carl Hanser Verlag, Leipzig, 2014.
- [Sop 20] [www.sopat.de/de/sopat-mikroskopsonde](http://www.sopat.de/de/sopat-mikroskopsonde), Letzte Einsicht: 18.09.2020, 12:00 Uhr.
- [Sti 05] Stieß, M.: Mechanische Verfahrenstechnik – Partikeltechnologie 1. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2009.
- [Sto 51] Stokes G.: On the effect of the internal friction of fluids on the motion of pendulums. Pitt Press, Cambridge, 1851.
- [Taf 12] Das große Tafelwerk interaktiv 2.0, Formelsammlung für Niedersachsen. Cornelsen, Berlin, 2012.
- [Tan 19] Tanaka, S.: Mass transfer from freely rising microbubbles in aqueous solutions of surfactant of salt, 2019.
- [VDI 13] VDI-Wärmeatlas. Springer Berlin Heidelberg, Düsseldorf, 2013.
- [Zia 19] Experimentelle Analyse von Hydrodynamik und Stofftransport im Mikroblasen begasten Laborreaktor-system unter Berücksichtigung der Energiedissipation, Masterarbeit, 2019.
- [Zlo 99] Zlokarnik, M.: Rührtechnik Theorie und Praxis. Springer, Berlin, 1999.

## A. Anhang

### A.1 Datenblatt der SOPAT Mesoskopsonde Sc [Sop 20]

<b>Produktkategorie</b>	<b>SOPAT VI</b>
Produktmodell	Sc
Messbereich [ $\mu\text{m}$ ]	9 – 1.200
Sichtfeld [mm]	2,7
Tubuslänge [mm]	200 – 2.000
Tubusdurchmesser [mm]	12
Druckbereich [bar]	0,01 – 320
Temperaturbereich [ $^{\circ}\text{C}$ ]	-50 – 450
Umgebungstemperatur [ $^{\circ}\text{C}$ ]	0 – 50
pH-Wert	0 – 14
Werkstoff Sondenfenster	Saphirglas
Werkstoff Sondentubus	1.4571 (316 Ti)
Werkstoff Sondengehäuse	1.4404 (316 L)
Fokussierung	Elektronisch
Bildaufnahmerate [Hz]	15
Bildauflösung [MP]	5
Leistungsaufnahme [VA]	140
Zertifizierungen	CE, IP68, CIP/SIP, ATEX

**A.2**  $k_L$ -Werte in Abhängigkeit der Entgasungsmethode und zum Gasvolumenstrom.

Gasvolumenstrom [mL min <sup>-1</sup> ]	$k_L$ -Wert [m h <sup>-1</sup> ] Physikalisch	$k_L$ -Wert [m h <sup>-1</sup> ] Stickstoff	$k_L$ -Wert [m h <sup>-1</sup> ] Argon
20	0,607 ± 0,20	0,336 ± 0,11	0,293 ± 0,094
40	0,677 ± 0,044	0,413 ± 0,026	0,369 ± 0,023
60	0,768 ± 0,093	0,465 ± 0,047	0,418 ± 0,043
80	0,846 ± 0,052	0,509 ± 0,032	0,444 ± 0,030
100	0,752 ± 0,053	0,450 ± 0,032	0,379 ± 0,028
120	0,728 ± 0,054	0,456 ± 0,034	0,399 ± 0,029

**A.3** Berechnung der Messabweichungen der  $k_L$ -Werte mit dem Gauß'schen Fehlerfortpflanzungsgesetzes.

$$\sigma_{k_L} = \sqrt{\sum \left( \frac{\partial k_L}{\partial i} \cdot \sigma_i \right)^2} = \sqrt{\left( \frac{\partial k_L}{\partial a} \cdot \sigma_a \right)^2 + \left( \frac{\partial k_L}{\partial k_L a} \cdot \sigma_{k_L a} \right)^2} \quad (\text{A.1})$$

mit

$$\frac{\partial k_L}{\partial a} = -\frac{k_L a}{a^2} \quad (\text{A.2})$$

$$\frac{\partial k_L}{\partial k_L a} = \frac{1}{a} \quad (\text{A.3})$$

$k_L$ ,  $k_L a$ ,  $a$ ,  $\sigma_{k_L}$ ,  $\sigma_{k_L a}$ ,  $\sigma_a$  sind hierbei der flüssigseitige Stoffdurchgangskoeffizient, der volumenspezifische Stoffdurchgangskoeffizient, die spezifische Phasengrenzfläche, die Messabweichung vom  $k_L$ -Wert nach dem Gauß'schen Fehlerfortpflanzungsgesetzes, die Standardabweichung einer Stichprobe vom  $k_L a$ -Wert, die Messabweichung von  $a$  nach dem Gauß'schen Fehlerfortpflanzungsgesetzes.