

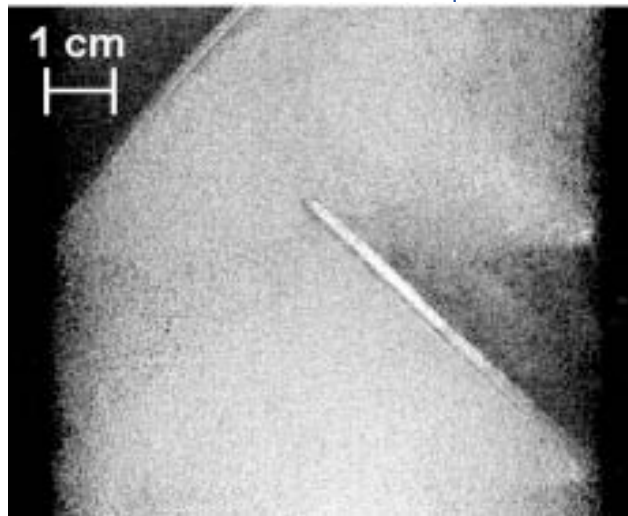
Nicht zu viel Gas geben

Statische Mischer optimieren den Gaseintrag in Flüssigkeiten

Gase in Flüssigkeiten zu lösen gehört zu den Standardoperationen in der chemischen und biotechnologischen Verfahrenstechnik. Dennoch finden sich oft kaum lösbare Problemstellungen, da sich Energieaufwand und die Kontaktzeit der beiden Phasen nicht beliebig vergrößern lassen. Ein neuartiges Verfahren bietet einen universellen Lösungsansatz, indem es eine sehr lange und intensive Kontaktierung beider Phasen erlaubt und gleichzeitig ökonomischen und konstruktiven Aspekten Rechnung trägt.



Alain Georg, Martin Däscher, Fluitec



2: Der neu entwickelte Reaktor sorgt für einen effizienten Gastransfer

1: Statische Mischer erzeugen ein sehr feines und homogenes Blasenbild

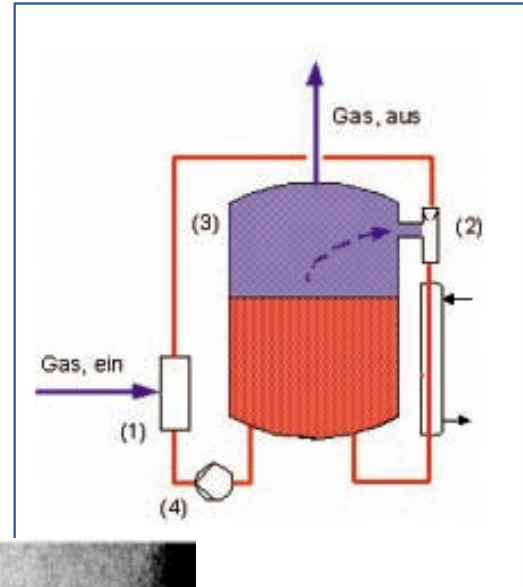
Bei einem unvollständigen Eintrag von Gasen in Flüssigkeiten müssen reaktive und toxische Restgase oft mit großem technischen und finanziellen Aufwand entsorgt werden. Teure ungelöste Gase können zusätzlich einen permanenten wirtschaftlichen Verlust darstellen. Angestrebt wird deshalb ein bestmöglicher Gaseintrag. Verschiedene Faktoren beeinflussen die Effizienz des Gaseintrags:

- Chemische Parameter: Werden die Gase nach dem Lösungsvorgang chemisch umgesetzt und damit dem Reaktionsgleichgewicht entzogen, spricht man von einer Chemsorption. Im Gegensatz dazu laufen Lösungsprozesse ohne nachfolgende chemische Reaktion meist langsamer und unvollständiger ab, da sich ein dynamisches Konzentrationsgleichgewicht zwischen der Gasphase und der Flüssigkeit einstellt.
- Physikalische Parameter: Eine Druckerhöhung bringt zwar meist eine proportional verbesserte Lösungsfähigkeit des Gases, bedingt jedoch einen massiv größeren technischen Aufwand. Eine Erhöhung der Temperatur bewirkt hingegen eine schlechtere Löslichkeit und ist allenfalls bei einer langsa-

men Chemsorption von Vorteil, um die Reaktionsgeschwindigkeit zu erhöhen.

- Energieeintrag: Ein effizienter Transfer bedingt eine innige Kontaktierung der beiden Phasen. Dazu ist eine große lokale Energiedissipation notwendig. Die Gasphase muss in möglichst viele kleine Blasen mit einer großen spezifischen Grenzfläche (a) zerteilt werden. Zusätzlich muss die die Gasblasen umgebende stationäre Flüssigkeitsgrenzschicht (k_L) stets kontinuierlich abgebaut und ersetzt werden, damit das lokale Konzentrationsgefälle aufrecht erhalten bleibt. Beide Faktoren werden zu einer Größe zusammengefasst und als $k_L a$ -Wert bezeichnet. In Rührkesseln wird eine hohe Energiedissipation nur sehr lokal um den Rührer effizient erreicht, während in der übrigen Flüssigkeit kaum noch eine Gas-Dispergierwirkung stattfindet.

- Kontaktierzeit: Damit die Gase vollständig gelöst werden können, ist eine bestimmte minimale Kontaktierzeit notwendig. Die beiden Phasen über längere Zeit einer hohen Energiedissipation auszusetzen, stellt jedoch ein bekanntes Problem dar, da der energetische und apparative Aufwand stark zu-



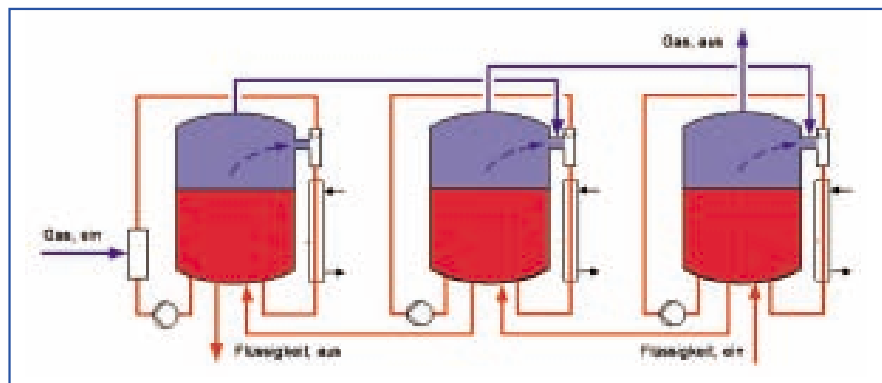
nimmt und das Verweilzeitenspektrum der Fluide oft nur schwer kontrolliert werden kann.

- Phasenverhältnisse: Sehr oft müssen riesige Volumen von Gas in einer vergleichsweise geringen Flüssigkeitsmenge gelöst werden, wobei Rührwerke an ihre Grenzen stoßen können. Überflutungen des Rührers, Kavitationen und Phaseninversionen reduzieren den Leistungseintrag und damit die Effizienz.

Konstanter Energieeintrag für innige Kontaktierung

Während die chemischen und physikalischen Parameter meist nicht oder nur beschränkt beeinflusst werden können, bieten die verfahrenstechnischen Parameter einige Ansätze. Für eine innige Kontaktierung wäre ein über Zeit und Volumen konstanter Energieeintrag ideal, was im Gegensatz zu Rührwerksreaktoren durch den Einsatz statischer Mischer leicht erreicht werden kann. Statische Mischer sind in Rohrleitungen eingebaute unbewegliche, geometrisch definierte Elemente, die die im Rohr strömenden Flüssigkeiten durch die ausführlich charakterisierten Turbulenzen vermischen und verwirbeln. Die freigesetzte Mischenergie macht sich als konstanter Druckverlust über die Mischstrecke bemerkbar, was den Einsatz von Pumpenergie erfordert. Die gleichmäßige und stete Energiedissipation führt auch bei koaleszenzfördernden Medien zu einer laufenden Redispergierung und zu einem homogenen und sehr feinen Blasenbild (**Bild 1**). Der so genannte FSBR (Fluitec Small Bubble Reactor) wurde so konstruiert, dass er als Gasdosiereinheit von Beginn an feinste Gasblasen dosiert.

Totzonen von geringem oder übermäßigem Energieeintrag sind minimiert, was zu sehr hohen Stofftransferaten bei vergleichsweise niedrigem Energieeintrag führt. Auch können die statischen Mischelemente den



3: Bei der kaskadierten Verfahrensweise findet der Gastransfer hauptsächlich im mittleren Reaktor statt

Wärmeübergang in Wärmeübertragerstrecken und damit die Temperaturkontrolle stark verbessern. Zusammen mit dem um ein Vielfaches geringeren Reaktionsvolumen ergibt sich insbesondere bei exothermen Reaktionen eine signifikant verbesserte Reaktionskontrolle und ein stark reduziertes Risikopotenzial.

Lange Kontaktierzeiten und hohe Energiedissipation

Zwar bewirken statische Mischelemente ein sehr enges Verweilzeitenspektrum und damit eine sehr genau definierte Kontaktierzeit, die Dauer des Gastransfers ist jedoch durch die Rohrlänge und die erforderliche minimale Strömungsgeschwindigkeit der Medien limitiert. Dies kann insbesondere bei langsamen Lösungsprozessen ein Problem darstellen. Auch das Zudosieren von stöchiometrisch bedingten großen Gasvolumenströmen stellt ein Problem dar, da eine Phaseninversion mit der Gasphase als kontinuierliche Phase auftreten kann (Schaumbildung). In diesem Fall brechen ähnlich wie bei der Überflutung bei Rührwerken die Energiedis-

sipation und die Effizienz des Gastransfers stark ein.

Eine Verbesserung hierzu bietet der neue, so genannte GD-Reaktor (**Bild 2**). Das über eine FSBR-Dosierstelle (1) in den Flüssigkeitskreislauf eingebrachte Gas wird durch die statischen Mischelemente intensiv mit der Flüssigkeit kontaktiert und dispergiert. Die Dispersion wird dem am Kopfraum des Reaktors angebrachten Injector (2) zugeführt. Dieser wirkt als selbstansaugende Gaseintragsvorrichtung und bewirkt die fortwährende und wiederholte Kontaktierung der im Kopfraum angesammelten nicht gelösten Gase. Diese trennen sich im Reaktor (3) von der Flüssigkeit ab und steigen in den Kopfraum des Reaktors. Da die Flüssigkeit ebenfalls mehrmals im Kreis geführt wird, lassen sich große Gasvolumenströme in das System einbringen.

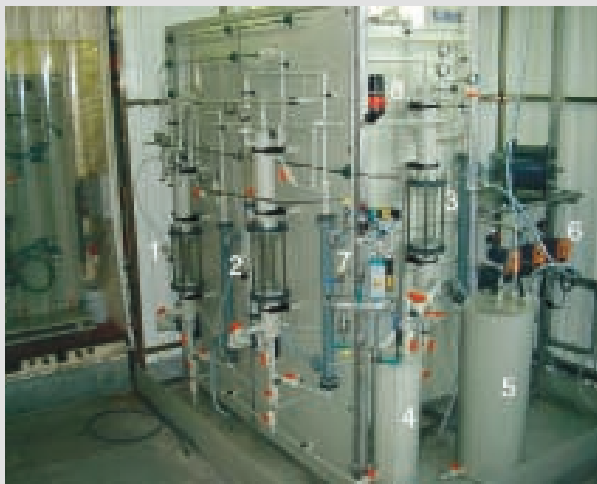
Der Reaktor kann sowohl in Bezug auf die Gas- wie auch auf die Flüssigkeitsphase kontinuierlich oder im Satzbetrieb gefahren werden, um selbst geringste Mengen an schwerlöslichen Spurengasen vollständig zu lösen. Spezialpumpen (4) erlauben eine zuverlässige Förderung der Flüssigkeitsphase auch un-

C KOMPAKT

GD-Reaktor im Praxiseinsatz

GD-Reaktoren werden in verschiedenen Maßstäben für Begasungs- und Strippprozesse sowohl in der Pharma- und Biotechnologie als auch in der Schwer- und Feinchemie eingesetzt. **Bild 4** zeigt die technische Anwendung eines GD-Reaktors. Ein selbstentzündliches und toxisches Gas, das außerdem zur Selbstpolymerisierung neigt, muss kontinuierlich in einer korrosiven und ätzenden Flüssigkeit gelöst werden. Da das Gas in der Lösung zu einem Produkt von hoher Wertschöpfung reagiert, soll kein Restgas die Kaskade verlassen. Zudem müssen auch die Reaktanden in der Flüssigkeit vollständig umgesetzt werden. Da die Flüssigkeit und die Gasphase in einer GD-Kaskade im Gegenstrom fließen, konnten die Reaktoren so ausgelegt werden, dass der Gastransfer praktisch vollständig im mittleren Reaktor abläuft. Im – aus Sicht des Gasflusses – ersten Reaktor garantiert die Kontaktierung mit überschüssigem Frischgas, dass kein unreaktiertes flüssiges Edukt die Kaskade verlässt, und im letzten Reaktor wird durch die Kontaktierung mit frischer Reaktionsflüssigkeit sichergestellt, dass um-

gekehrt kein Restgas entweicht. Aus Sicherheitsgründen verfügt jeder Reaktor über einen eigenen Wärmeübertrager, und das ganze System wird unter einem permanenten Überdruck von 50 mbar gefahren. Sollte der Druck infolge einer Leckage zusammenbrechen, wird ein Alarm ausgelöst, die Gas- und Flüssigkeitszufuhr ge-



4: GD-Reaktor in der Praxis: 1, 2, 3 zeigen die Reaktoren, 4 den strippfähigen Produkt-Sammeltank, 5 den Abluft-Sicherheitstank, 6 die Dosierstation der flüssigen Edukte, 7 die Gas-Dosierstation mit automatischer Inertisierung bei Alarm und 8 den akustischen und optischen Alarmgeber

stoppt und die Anlage mit Stickstoff automatisch geflutet. Sämtliche mediumberührenden Teile bestehen aus Polypropylen, Glas oder emailliertem Stahl. Die Gaszuführungsleitung kann mit Dampf gereinigt werden, da Verstopfungsgefahr durch Selbstpolymerisation des Gases besteht. Die Anlage verfügt des Weiteren über einen inertisierbaren und strippfähigen Produktsammeltank, drei Präzisions-Flüssigkeitsdosierpumpen für die Edukt-Zuführung, mehrere Probenahmestellen für Gas und Flüssigkeit sowie Messvorrichtungen für die Gaszu- und -Abführung. Dadurch lassen sich alle für einen Scale-up wichtigen Variablen erfassen und mit Hilfe einer Software die optimale Auslegung berechnen.

ter widrigen Umständen. Vollständig aus PTFE gefertigte Pumpenköpfe können ohne Probleme Gasanteile bis zu 30 % und hohe Feststoffanteile in stark korrosiven Medien fördern. Andere Pumpen wiederum eignen sich für den Sterilbetrieb in biotechnologischen und pharmazeutischen Prozessen. Um eine Erhöhung der Stofftransferleistung zu bewirken, können mehrere Pumpen parallel geschaltet werden.

Auffällig ist das Wärmeübertragervermögen. Zusätzlich zu einem Doppelmantel um den Reaktor schaffen auch die Rohre eine vergrößerte Oberfläche. Bei Bedarf lassen sich kombinierte Mischer-Wärmeübertragerrohre in die Leitungen platzieren.

Kaskadierung erlaubt Totaleintrag

Bei einem kontinuierlichen Betrieb müssen bestimmte Stoffkonzentrationen im Flüssigkeitsauslauf und im Abgas ebenso wie im Reaktor selbst konstant gehalten werden. Dadurch ist man gezwungen, immer im schlechtesten Betriebspunkt, nämlich bei

Konzentrationsverhältnissen wie sie ganz am Ende der Reaktion herrschen, zu arbeiten. Bei diesen kleinen Konzentrationsdifferenzen herrschen meist nur noch sehr geringe treibende Kräfte und die Umsatzraten sind deutlich reduziert. Dasselbe Problem stellt sich auch gegen Ende eines Satzbetriebs, wenn ein Gas vollständig gelöst werden muss. Um dennoch die gewünschten Umsatzraten zu erreichen, müssten größere Volumen umgewälzt werden. Dies lässt sich aus Gründen der Investitions- und Betriebskosten jedoch nur selten rechtfertigen.

Eine Lösung hierzu bietet die kaskadierte Verfahrensweise der GD-Reaktoren (**Bild 3**). Dabei werden die Flüssigkeit und das Gas über drei Reaktoren im Gegenstrom geführt. Eine spezielle Rohrführung ermöglicht den Verzicht auf zusätzliche Regelorgane. In jedem Reaktor erfolgt die Einstellung eines stabilen dynamischen Konzentrationsgleichgewichtes. Diese Konzentrationen, und damit auch die Umsatzraten, sind abhängig von den Dimensionierungen und den Füllständen der Reaktoren, den Umwälzraten

sowie den Effizienzen der eigentlichen Kontaktierstrecken.

Mit Hilfe einer Simulationssoftware können genügend genaue Vorsagen für eine Auslegung gemacht werden. Das mathematische Modell beruht auf dem Quasi-Stationaritätsprinzip, welches über die Zeit konstante Konzentrationen im Reaktor voraussetzt. Das Modell beschränkt sich auf die quantitative Erfassung der gasförmigen Edukte, die Konzentration aller anderen Stoffe kann daraus indirekt abgeleitet werden.

Um das Quasi-Stationaritätsprinzip anwenden zu können, müssen sich Edukt-Zufuhr, -Austrag und -Transfer mit nachfolgender Reaktion und Produktbildung die Waage halten. Dies ist bei einem kontinuierlichen Betrieb mit konstanten Flussraten und konstanten Betriebsvariablen in der Regel der Fall. Werden alle Faktoren in die Modellbildung einbezogen, lassen sich aus den entsprechenden Pilotversuchen Großanlagen genau berechnen, planen und realisieren.

ACHEMA Halle 4.0 K16

Info

CT 608