Experimentelle und numerische Untersuchungen zur Partikelbeanspruchung in gerührten (Bio-)Reaktoren

vorgelegt von
Diplom-Ingenieur (FH)
Stefan Wollny
aus Halle (Saale)

von der Fakultät III-Prozesswissenschaften
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften
-Dr.-Ing.-

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss:

Vorsitzender:	Prof. Dr. Felix Ziegler
Berichter:	Prof. Dr.-Ing. Matthias Kraume
Berichter:	Prof. Dr.-Ing. Reinhard Sperling

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 04. Februar 2010

Berlin 2010
D 83

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit an der Hochschule Anhalt (FH) in Köthen und wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung unter dem Förderkennzeichen 1733X06 gefördert.

Mein spezieller Dank gilt **Herrn Professor Dr.-Ing. Matthias Kraume**, dem Leiter des Fachgebiets für Verfahrenstechnik der Technischen Universität Berlin, für die wissenschaftliche Betreuung und Beratung sowie das entgegengebrachte Vertrauen.

Ganz besonders herzlich danken möchte ich **Herrn Professor Dr.-Ing. Reinhard Sperling** von der Hochschule Anhalt (FH), der mir diese Dissertation ermöglicht hat. Die ausgesprochen angenehme Zusammenarbeit sowie seine euphorische Unterstützung werden mir in Erinnerung bleiben. In diesem Zusammenhang soll erwähnt werden, dass Herr Prof. Sperling in dieser Zeit das *9. und 10. Köthener Rührer-Kolloquiuen* speziell zur Thematik Partikelbeanspruchung organisiert hat. Hierdurch gelang es mir, mit einer Vielzahl von Fachleuten ausführlich zu diskutieren. Daher sei auch den Teilnehmern an dieser Stelle herzlich gedankt.

Bedanken möchte ich mich auch bei **Herrn Professor Dr.-Ing. Felix Ziegler** für die freundliche Übernahme des Vorsitzes im Promotionsausschuss.

Für die Projektleitung und der damit verbundenen Betreuung möchte ich **Herrn Professor Dr. Georg Heun** von der Hochschule Anhalt (FH) danken. Des Weiteren hatte er einen sehr großen Anteil bei der Beschaffung der FBRM®-Technologie, welche letztlich die Basis dieser Arbeit darstellte.

Ausdrücklich dankbar bin ich **Herrn Dr.-Ing. Joachim Ritter** für den fachlichen Beistand. Ohne sein Mitwirken und seine Ausdauer hätte ich die Arbeit weder beginnen noch erfolgreich durchführen können. Weiter gilt mein besonderer Dank **Herrn Dr. Bernd Krause** für seine Geduld und fachliche Kompetenz, ohne die das Kapitel 6 nicht in der Art realisiert werden konnte. Außerdem geht ein spezieller Dank an **Herrn Dr. Johann Hiermeier** und **Herrn Dipl.-Ing. Sven Bach** für deren zahlreiche fachliche Anregungen, die die vorliegenden Ergebnisse entscheidend und vor allem positiv beeinflusst haben.

Meinen Köthener Kollegen **Herrn Dipl.-Ing. (FH) Martin Heiser** und **Herrn Dipl.-Ing. (FH) Sebastian Altwasser** möchte ich besonders danken, da sie stets zur

Stelle gewesen sind, wenn Hilfe notwendig war. Weiter verbindet mich mit **Herrn Dipl.-Ing. Sebastian Maaß** von der Technischen Universität Berlin eine freundschaftliche Zusammenarbeit, für die ich dankbar bin.

Schließlich sei hiermit allen Mitarbeitern und Studierenden der Hochschule Anhalt (FH) sowie des Fachgebiets Verfahrenstechnik der Technischen Universität Berlin, welche wissentlich oder unwissentlich für das Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben, herzlich gedankt. Namentlich sollen *Dr.-Ing. Mirco Wegener*, *Dipl.-Ing. (FH) Jan Muschter, Alexander Heyter, Marcus Arlet, Stephan Kästel und Rene Strobl* genannt werden.

Naunhof, im Juli 2010 Stefan Wollny

Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis 7

Tabellenverzeichnis 11

Symbolverzeichnis 15

Kurzfassung 23

1 Einleitung 25

2 Stand des Wissens 31

2.1 Turbulente Strömungen . . . 31

2.1.1 Allgemeine Beschreibung der Turbulenz . . . 31

2.1.2 Rührreaktor - Rotierendes System . . . 34

2.1.3 Beschreibung der Makro- und Mikroturbulenz . . . 35

2.2 Ermittlung der Partikelbeanspruchung . . . 39

2.2.1 Begriffsdefinition . . . 39

2.2.2 Indirekte Methoden . . . 40

2.2.3 Direkte Methoden . . . 48

2.3 Diskussion zum Stand des Wissens . . . 61

3 Aufgaben- und Zielstellung 65

4 Experimentelle Methoden 67

4.1 Versuchsaufbau . . . 67

4.2 Leistungsmessungen . . . 74

4.3 Messsysteme zur Erfassung der Partikelgröße . . . 75

4.3.1 *FBRM*®-Technology . . . 75

4.3.2 Endoskopmesstechnik . . . 77

5 Experimentelle Ergebnisse 81

5.1 Dimensionloser Leistungseintrag . . . 81

5.2 Etablierung einer Beanspruchungsmesstechnik . . . 85
5.2.1 Auswahl eines geeigneten Modellstoffsystems . . . 85
5.2.2 Charakterisierung des Flüssig/flüssig-Modellstoffsystems . . . 87
5.2.3 Voruntersuchungen mit der *FBRM*®-Technology . . . 91
5.2.4 Kalibrierung des Sauterdurchmessers mit dem Mittelwert der Sehnenlängenverteilung . . . 100
5.2.5 Abbruchkriterium bzw. erforderliche Rührzeit . . . 107
5.3 Systematische Untersuchungen . . . 109
5.3.1 Bewehrter Technikumsmaßstab (DN400) . . . 109
5.3.2 Bewehrter Labormaßstab (DN200) . . . 125
5.3.3 Einfluss der Bewehrung auf die Partikelbeanspruchung . . . 129

6 Numerische Arbeiten 135
6.1 Normal-, Scher- und Richtungsgradient . . . 135
6.1.1 Motivation . . . 135
6.1.2 Scherströmung zwischen zwei parallelen Platten . . . 136
6.1.3 Tensor der strömungsabhängigen Geschwindigkeitsgradienten . . . 138
6.1.4 Definition der Normal-, Scher- und Richtungsgradienten . . . 140
6.2 Fluidströmung in einer Messblende . . . 142
6.3 Gerührte Reaktoren . . . 147

7 Diskussion der erzielten Resultate 153
7.1 Berechnungsgleichung für den Sauterdurchmesser . . . 153
7.2 Maximale Energiedissipation . . . 158
7.3 Partikelbeanspruchung vs. Rührertyp . . . 160
7.4 Einfluss der Füllhöhe . . . 162
7.5 Maßstabsübertragung . . . 164
7.5.1 Allgemeine Betrachtung . . . 164
7.5.2 Zellkultivierung in gerührten Bioreaktoren . . . 167
7.6 Schonendes Homogenisieren . . . 170
7.7 Abbau von Schichtungen . . . 172

8 Zusammenfassung 175

Anhang 179

Literaturverzeichnis 185

Abbildungsverzeichnis

2.1 *Definition der Geschwindigkeiten in i-ter Richtung* 32

2.2 *Wirbelkaskade nach* Kraume *[46], Λ-Makromaßstab, λ-Mikromaßstab* . . . 36

2.3 *Vergleich der isoenergetische Linien eines Axialrührers (links) und eines Radialrührers (rechts) nach* Geisler *[25] für* $Re > 10.000$ 41

2.4 *Darstellung der normierten turbulenten kinetischen Energie* k/w_{tip}^2 *(oben) sowie der typischen Nachlaufwirbel eines 6-Blatt-Scheibenrührers (unten) nach* Schäfer *[69], drehwinkelaufgelöst* 45

2.5 *Turbulenzstabilisierte Dispersion nach* Shinnar *[75] mit dem Tropfenaufbruchverhalten (Zerteilen) für den Trägheitsunterbereich nach Gleichung 2.54* 52

2.6 *Sauterdurchmesser als Funktion der spezifischen Rührerleistung, die rührerspezifischen Konstanten* $C_{P/m}$ *sind mithilfe der Daten von* Zhou *et al. [99] eigens ermittelt worden* 56

2.7 *Vergleichsfockendurchmesser als Funktion der spezifischen Rührerleistung* $(H/D = 1$ *sowie 4 Stromstörer mit* $B_S/D = 0,1)$ *aus* Henzler *[33]* . . . 59

2.8 *Einfluss des Turbulenzmodells (links: RANS; rechts: LES) bei der Bestimmung der maximalen Energiedissipation nach* Delafosse *et al. [16]* . . . 62

4.1 *Hauptabmessungen am Rührbehälter* 68

4.2 *Darstellung der verschiedenen Stromstörerformen* 69

4.3 *Allgemeine Skizzen der Rührorgane: Schrägblattrührer (links) und Scheibenrührer (rechts)* 71

4.4 *ViscoJet®-Rührer der Fa.* Inotec *(links) und 3-Blattrührer (rechts)* 72

4.5 ***F**ocused **B**eam **R**eflectiv **M**easurement (FBRM®)-Technology* [59] 76

4.6 *Nutzung der Lichtintensität des reflektierten Laserstrahles* 77

4.7 *Vergleich der gemessenen Partikelgrößenverteilung (PVM-PSD) mit der gemessenen (FBRM-CLD) und berechneten (Calculated-CLD) Sehnenlängenverteilung aus den Arbeiten von* Greaves *[27]* 78

4.8 *Aufbau der Endoskopmesstechnik bestehend aus Endoskop mit übergestülpter Schutzhülle, CCD-Kamera, Framegrapper und PC sowie typischen Aufnahmen von Flüssig/flüssig-Systemen aus* MAASS *et al. [57]* 79

5.1 *Experimentell ermittelte Leistungscharakteristik für ausgewählte Rührorgane; 4 Stromstörer;* $H/D = 1$ 82

5.2 NEWTONzahl *als Funktion der Rührerblattstärke (linke Darstellung: 4 Flachstromstörer;* $H_S/D = 0,8$*; geschlossene Symbole* $\rightarrow$ *DN400 und offene Symbole* $\rightarrow$ *DN200) und der Bewehrungskennzahl (rechts);* $H/D = 1$ 83

5.3 *Charakteristische Sehnenlängenverteilungen von Einzelpartikeln für unterschiedliche Partikelformen nach* WORLITSCHEK *[96]* 86

5.4 *Oberflächenspannung in Abhängigkeit der Tensidkonzentration (Triton X-100) bei* T*=20°C,* Mizellbildungskonzentration $c_{CMC} = 0,015$ *Gew%* 89

5.5 *Grenzflächenspannung (Tensidlösung mit* $c_T = 0,15$ *Gew% und EAL-Öl) als Funktion der Zeit* 90

5.6 *Mittelwert der Sehnenlängenverteilung* $\overline{C}_0$ *als Funktion der Rührzeit* t_R *bei 20°C,* $c_T = 0,15$ *Gew%,* $c_{Öl} = 1,0$ *Gew%* 92

5.7 *Mittelwert der Sehnenlängenverteilung* $\overline{C}_0$ *als Funktion der Rührzeit* t_R *bei verschiedenen Phasenanteilen* 95

5.8 *Einfluss der Sondeneinbauposition auf den Mittelwert (DN200)* 97

5.9 *Charakteristischen Werte der Sehnenlängenverteilung als Funktion der spezifischen Rührerleistung (siehe auch Tabelle 5.3)* 101

5.10 *Automatische Auswertung der externen (links) und semiautomatische Auswertung der internen Endoskopaufnahmen (rechts)* 102

5.11 *Erforderliche Tropfenanzahl* 103

5.12 *Kalibrierkurve zur Bestimmung des Sauterdurchmessers (Endoskop) aus dem Mittelwert der Sehnenlängenverteilung (*FBRM®*-Technology), siehe auch Datentabelle 8.2* 104

5.13 *Unterschiedliche Abhängigkeiten des mit Gleichung 5.3 umgerechneten Sauterdurchmessers für die Versuche aus der Tabelle 5.3* 105

5.14 *Sauterdurchmesser als Funktion der Rührzeit für verschiedene Rührer, Drehfrequenzen und Behälterabmessungen (*$H/D = 1$*;* $H_S/D = 0,8$*;* $N_S = 4$*;* $c_{Öl} = 1,0$ *Gew%;* $c_T = 0,15$ *Gew%)* 107

5.15 *Sauterdurchmesser als Funktion der spezifischen Rührerleistung im bewehrten DN400-Reaktor (*$N_S = 4$*,* $H_S/D = 0,76$*) sowie die Darstellung der Korrelation (durchgezogene Linien) für den* ***Trägheitsunterbereich*** *(mit* $b = 0,4$ *in Gleichung 5.8)* 111

5.16 *Sauterdurchmesser als Funktion der spezifischen Rührerleistung im bewehrten DN400-Reaktor ($N_S = 4,\ H_S/D = 0,76$) sowie die Darstellung der Korrelation (durchgezogene Linien) für den* ***Dissipationsbereich*** *(mit $b = 1/3$ in Gleichung 5.8)* 112

5.17 *Vergleich der Partikelgrößen eines BHK-Agglomerats (*Moreira *[61]), des Ton/ Polymer-Flockensystems (u.a. [7], [32], [33], [36], [63], [80], siehe Gleichung 2.67) sowie diverse Flüssig/flüssig-Modellstoffsysteme als Funktion der maximalen Energiedissipation (siehe Gleichung 2.66 nach* Henzler *[33] $\rightarrow\ \epsilon_{max}[m^2/s^3]; d_P[\mu m]$)* 116

5.18 *Sauterdurchmesser als Funktion der Rührerumfangsgeschwindigkeit im bewehrten DN400-Reaktor ($N_S = 4,\ H_S/D = 0,76$) sowie die Darstellung der Korrelation (durchgezogene Linien) für den* Übergangsbereich *(mit $b = 1/3$ in Gleichung 5.8 bzw. 5.13)* 119

5.19 *Vergleich der Partikel- und Sehnenlängenverteilung ($\overline{C}_0 = 42,8\ \mu m$)* 121

5.20 *Vergleich der Partikel- und Sehnenlängenverteilung für verschiedene Rührer und Drehfrequenzen (D=400mm)* 122

5.21 *Sauterdurchmesser als Funktion der spezifischen Rührerleistung im bewehrten DN200-Reaktor ($N_S = 4,\ H_S/D = 0,8$) sowie die Darstellung der Korrelation (durchgezogene Linien) für den* Dissipationsbereich *(mit $b = 1/3$ in Gleichung 5.13); Scheibenrührer: offenes Dreieck steht für $t = 1\ mm$ und geschlossenes Dreieck für $t = 3\ mm$* 126

5.22 *Sauterdurchmesser als Funktion der Rührerumfangsgeschwindigkeit in unbewehrten Rührreaktoren ($H/D = 1$)* 130

5.23 *Einfluss der Bewehrung (Stromstörer) auf den Sauterdurchmesser respektive der Partikelbeanspruchung bei gleicher Rührerumfangsgeschwindigkeit: $w_{tip} = 1\ m/s$* 131

5.24 *Sauterdurchmesser als Funktion der spezifischen Rührerleistung für unterschiedliche Bewehrungszustände ($H/D = 1,\ B_S/D = 0,08$)* 132

6.1 *Scherströmung zwischen zwei parallelen Platten:* ***a)*** *Strömungsrichtung ist parallel der x-Koordinate;* ***b)*** *Strömungsrichtung ist nicht parallel zur x-Koordinate und* ***c)*** *Strömungsrichtung ist parallel zur $\tilde{x}$-Koordinate des lokalen Koordinatensystems* 137

6.2 *Zusammenhang zwischen lokalem und globalem* Tensor der Geschwindigkeitsgradienten *sowie der Normal-, Scher- und Richtungsgradienten* 141

6.3 *Prinzipskizze der Messblende (oben) sowie simuliertes Strömungsprofil (unten)* 143

6.4 *Vergleich der experimentellen Daten von* SCHÄFER *[69] ($D = 0,15\ m$) mit der eigenen numerischen Simulation ($D = 0,4\ m$) für einen 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,33$, $H/D = 1$, 4 Stromstörer) bei drei verschiedenen Drehwinkeln θ (Ebene durch ein Rührerblatt bei $\theta = 0°$)* 148

6.5 *Simulierte Strömungsprofile (normierte axiale und radiale Geschwindigkeiten) inklusive der Isovolumina mit $\dot{\gamma} \geq 100\ s^{-1}$ bei $\bar{\epsilon} \approx 0,1\ W/kg$* 151

7.1 *Sauterdurchmesser in Abhängigkeit zur Rührerumfangsgeschwindigkeit bei konstanter spezifischer Rührerleistung ($\bar{\epsilon} = 0,09\ W/kg$) im DN200- bzw. DN400-Reaktor* 155

7.2 *Berechneter Sauterdurchmesser (bewehrt: Gleichung 7.6 sowie unbewehrt Gleichung 5.20) als Funktion des gemessenen Sauterdurchmessers für den Technikums- (offene Dreieck- und Sternsymbole) und den Labormaßstab (geschlossene Kreissymbole)* 156

7.3 *Vergleich der gemessenen Partikelgrößen (*BIEDERMANN *und* HENZLER *[7], [32], [33] - siehe auch Abbildung 2.7) mit den berechneten Partikelgrößen für eine Vielzahl von Rührerkonfigurationen* 161

7.4 *Darstellung der experimentellen Sauterdurchmesser von* MAASS *et al. [58] sowie* STAMATOUDIS *et al. [77] als Funktion der maximalen Energiedissipation, welche mithilfe des Dissipationsverhältnisses (Gleichung 7.12) eindeutig bestimmt werden kann* 163

7.5 *Sauterdurchmesser als Funktion der Rührerumfangsgeschwindigkeit für unterschiedliche Maßstäbe: Technikums- (DN400 $\rightarrow$ 50 L) und Labormaßstab (DN200 $\rightarrow$ 6 L)* 165

7.6 *Prinzipieller Aufbau des Rotor-Stator-Reaktorsystems aus den Arbeiten von* POHLSCHEIDT *[63], [64]* 168

7.7 *Partikelbeanspruchung (maximale Energiedissipation $\rightarrow$ Gleichung 7.12) als Funktion der Homogenisierzeit ($\rightarrow$ Gleichung 7.16) für spezifische Rührerleistungen von $P/V = 10 - 100\ W/m^3$ (4 Stromstörer)* 171

Tabellenverzeichnis

1.1 *Vergleich von kommerziellen Bioreaktoren aus* EIBL *et al. [19]* 29

2.1 *Übersicht der normierten, maximalen Energiedissipation für verschiedene Rührorgane nach* ZHOU *et al. [99], [100]* 42

2.2 *Schergradienten im Ausströmbereich ($\dot{\gamma}_{outlet}$) und an den Blattkanten ($\dot{\gamma}_{tip}$) nach* WU et al. [97] *($D = 0,39\ m$; $d/D = 0,41$; $P = 3,6\ W$)* 47

2.3 *Reaktionsvolumen ($H/D = 1$) in Abhängigkeit von der Bodenform (Bodenfaktor K_B) und des Reaktordurchmessers D* 49

2.4 *Dissipationsbeiwerte c_D nach* LIEPE *[52] inklusive normierten, maximalen Energiedissiaption* 54

2.5 *Sauterdurchmesser d_{32} für verschiedene Rührorgane ($d/D = 0,31$) bei zwei unterschiedlichen Leistungseinträgen (*WILLE *[91])* 55

2.6 *Übersicht der normierten, maximalen Energiedissipation $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon}$ für $H/D =$* 1 (SR...6-Blatt-Scheibenrührer, SBR...4x45°-Schrägblattrührer) 64

4.1 *Verwendete Versuchsreaktoren* 68

4.2 *Verwendete Stromstörer* 69

4.3 *Untersuchte Rührorgane* 70

4.4 *Abmessungen der 3-blättrigen ViscoJet®-Rührorgane* 73

5.1 *Vollbewehrte* NEWTON*zahl sowie die erforderliche Bewehrungskennzahlen BW_{VB} für unterschiedliche Rührorgane (*LIEPE *[52])* 84

5.2 *Dichte und Viskosität des Modellstoffsystems* 88

5.3 *Ausgewählte Vergleichsparameter der Sehnenlängenverteilung aus der Abbildung 5.6: 90 logarithmisch aufgeteilte Klassen für den Messbereich $d_p =$* $1 - 1000\mu m$ 93

5.4 *Reproduzierbarkeit der Sehnenlängenverteilungen am Beispiel der Mittelwerte $\overline{C}_0$ für einen 6-Blatt-Scheibenrührer ($d = 97\ mm$; $h_{RM} = 65\ mm$; $Ne = 3,75$; $N_S = 4$; $H_S = 160\ mm$; $t_R = 125\ min$)* im DN200-Reaktor . . 98

5.5 *Reproduzierbarkeit der Sehnenlängenverteilungen am Beispiel verschiedener Öl-Chargen für den 3x24°-Schrägblattrührer ($N = 170\ min^{-1}$, $d = 97\ mm$; $h_{RM} = 60\ mm$; $Ne = 0,3$; $N_S = 4$; $H_S = 160\ mm$; $t_R = 125\ min$)* im DN200 Reaktor 100

5.6 *Mittlere, zeitliche Änderungen der transienten Sauterdurchmesser (siehe Abbildung 5.14* 106

5.7 *Ermittelte Konstanten $C_{P/m}$ (experimentell), C_{wtip} (Gleichung 5.15) und C_{We} (Gleichung 5.16) für den DN400-Reaktor zur Berechnung des Sauterdurchmessers nach dem Modell von* Shinnar *[75] (siehe Gleichung 5.13 mit $b = 1/3$)* 118

5.8 *Abhängigkeit des Sauterdurchmessers von der Rührerumfangsgeschwindigkeit bei konstanter spezifischer Rührerleistung: $\bar{\epsilon} = 0,06\ W/kg$* 128

6.1 *Ergebnisse der numerischen Simulation von der Fluidströmung durch eine Messblende; die Resultate sind für einen fixen Punkt in der Mitte der Messblende (vgl. mit Abbildung 6.3) ermittelt worden* 144

6.2 *Relevante Parameter für den Vergleich der eigenen CFD-Simulationen mit den Experimenten von* Schäfer *[69] und* Stoots *et al. [81]; 6-Blatt-Scheibenrührer, 4 Stromstörer* 149

6.3 *Volumengewichtete Mittelwerte (siehe Gleichung 6.23) der einzelnen Geschwindigkeitsgradienten und deren Anteil (Werte in Klammern - siehe beispielhaft Gleichung 6.22) im Rührervolumen V_R (Gleichung 6.24)* 150

6.4 *Volumengewichtete Mittelwerte (siehe Gleichung 6.23) der einzelnen Geschwindigkeitsgradienten und deren Anteil (Werte in Klammern - siehe beispielhaft Gleichung 6.22) im Isovolumen mit $\dot{\gamma} \geq 100\ s^{-1}$* 150

7.1 *Konstanten zur Berechnung der maximalen turbulenten kinetischen Energie für einen 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,33$; $Ne = 4,3$)* 159

7.2 *Charakteristische Parameter bei der Maßstabsübertragung mit konstanter spezifischer Rührerleistung ($\bar{\epsilon} = const. = 0,1\ W/kg$)* und Ermittlung der maximalen Energiedissipation mit Gleichung 7.13 166

7.3 *Berechnete Rührerumfangsgeschwindigkeiten und Partikelgrößen: d_{FV} (Experiment* Pohlscheidt *[63]), $d_{FV,ber}$ (Gleichung 2.67 → Henzler *[33]) sowie $d_{FV,kalk}$ (*eigene *Gleichung 7.12 mit $d_{FV,kalk} = 220 \cdot 10^{-6} \cdot \epsilon_{max}^{-1/3}$) bei $\bar{\epsilon} = 0,1\ W/kg$ für das Rotor-Stator-Reaktorsystem* 169

7.4 *Konstante A_D von* Liepe *et al. [52] sowie die berechneten kritischen Rührerumfangsgeschwindigkeiten zum Abbau von Schichtungen ($D = 0,4\ m$, $H/D = 1$; $h_{RM} = 0,3$; $\phi_d = 5\%$)* 173

8.1 *Darstellung der simulierten makroskopischen Dehn- und Scherströmungsanteile (siehe beispielhaft Gleichung 6.22 und 6.23) in gerührten Reaktoren ($D = 0,4\ m$, $d/D = 0,33$, $H/D = 1 \rightarrow\ V = 46,5\ L$) im entsprechenden Isovolumen.* 179

8.2 *Vergleich der charakteristischen Tropfendurchmesser im Technikumsmaßstab (H/D=1, $H_S/D = 0,8$; $N_S = 4$; $c_{Öl} = 1,0$ Gew%; $c_T = 0,15$ Gew%: Inline-Endoskop (d_{32}, $d_{P,max}$), FBRM®-Technology (C_{32}, $\overline{C}_0$), Umgerechneten Tropfendurchmesser (d^*_{32}, C^*_{32})* 180

8.3 *Darstellung der experimentell ermittelten Konstanten $C_{P/m}$, C_{wtip}, der berechneten $C_{wtip,ber}$ (Gleichung 7.7) zur Abschätzung der Partikelbeanspruchung mithilfe der Gleichung 5.13 und $b = 1/3$ bei $H/D = 1$ und $K_B = 0,064$ sowie des Dissipationsverhältnisses $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon}$ (Gleichung 7.12)* 181

Symbolverzeichnis

Symbol	Einheit	Beschreibung
Lateinische Symbole		
a	$-$	Exponent
A	$-$	Konstante
A	m^2	Fläche
A_a	m^2	Kreisfläche (siehe Abbildung 4.4)
A_i	m^2	Kreisfläche (siehe Abbildung 4.4)
A_d	m^2	Phasengrenzfläche
A_D	$-$	Konstante (Gleichung 7.17)
A_P	m^2	Partikeloberfläche
A_S	m	Abstand Stromstörer-Behälterwand
b	$-$	Exponent
b	m	Rührerblattbreite
b_*	m	Blattbreite (Abbildung 4.4)
B_S	m	Stromstörerbreite
c_i	mol/m^3	Konzentration
c_{CMC}	$Gew\%$	Kritische Mizellbildungskonzentration (Gewichtsprozent)
$c_{\text{Öl}}$	$Gew\%$	Ölkonzentration (Gewichtsprozent)
c_D	$-$	Dissipationsbeiwert (Gleichung 2.57)
c_T	$Gew\%$	Tensidkonzentration (Gewichtsprozent)
C	$-$	Konstante
C	$-$	Transformationsmatrix (Gleichung 6.8)
C	m	Sehnenlänge
$\overline{C}_\gamma$	m	Mittelwert der Sehnenlängenverteilung (Gleichung 4.3)
$\overline{C}_0$	m	arithmetischer Mittelwert der Sehnenlängenverteilung (Gleichung 4.3 mit $\gamma = 0$)
$\overline{C}_2 = \overline{C}_{32}$	m	quadratisch gewichteter Mittelwert der Sehnenlängenverteilung
$\overline{C}^*_{32}$	m	modellierter, quadratisch gewichteter Mittelwert der Sehnenlängenverteilung

C_i	m	Klassenmittelpunkt
$C_{P/m}$	$-$	Konstante
C_R	$-$	rührerspezifische Konstante
C_{Stsyst}	$-$	stoffsystemspezifische Konstante
C_{We}	$-$	Konstante
C_{wtip}	$-$	Konstante
$C_{wtip,ber}$	$-$	berechnete Konstante (Gleichung 7.7)
C_S	$-$	Smagorinsky-Konstante
d	m	Rührerdurchmesser
d_1	m	Rohrdurchmesser
d_2	m	Blendendurchmesser
$d_{2,eff}$	m	effektiver Durchmesser (Blende)
d_{32}	m	Sauterdurchmesser (Gleichung 2.36)
d_{32}^*	m	umgerechneter Sauterdurchmesser (Gleichung 5.3)
$d_{32,ber}$	m	modellierter Sauterdurchmesser
d_{FV}	m	Vergleichsflockendurchmesser
$d_{FV,ber}$	m	modellierter Vergleichsflockendurchmesser
$d_{FV,kalk}$	m	modellierter Vergleichsflockendurchmesser
d_{min}	m	kleinster Rührerdurchmesser
d_{Na}	m	Nabenaußendurchmesser
d_{Ni}	m	Nabeninnendurchmesser
$d_{P,max}$	m	maximale Partikelgröße (ggf. -durchmesser)
$d_{P,min}$	m	minimale Partikelgröße (ggf. -durchmesser)
d_S	m	Scheibendurchmesser
d_W	m	Rührerwellendurchmesser
D	m	Behälterinnendurchmesser
D	$-$	Tensor der globalen Geschwindigkeitsgradienten (Gleichung 6.3)
$\tilde{D}$	$-$	Tensor der lokalen Geschwindigkeitsgradienten (Gleichung 6.6)
D_i	m^2/s	Diffusionskoeffizient (Gleichung 2.34)
E_{kin}	J	kinetische Energie
E_σ	J	Oberflächenenergie
F	N	Kraft
F	$-$	Korrekturfaktor (Gleichung 2.63)
h	m	Rührerblatthöhe
h_a	m	äußerer Kreisdurchmesser (siehe Abbildung 4.4)
h_i	m	innerer Kreisdurchmesser (siehe Abbildung 4.4)

h_P	m	projizierte Rührerblatthöhe (Gleichung 2.64)
h_{RM}	m	Rührereinbauhöhe (bezogen auf den Rührermittelpunkt)
h_S	m	Scheibenstärke
h_T	m	Trombentiefe
h_W	m	Wellenhöhe
H	m	Behälterfüllhöhe
H_S	m	Stromstörereintauchtiefe
i	$-$	Klasse
k	m^2/s^2	turbulente spezifische kinetische Energie (Gleichung 2.6)
k_{max}	m^2/s^2	maximale turbulente spezifische kinetische Energie
k_La	s^{-1}	volumetrischer Stoffübergangskoeffizient
K_B	$-$	Bodenfaktor (Gleichung 2.39)
L	m	charakteristische Länge
m	$-$	Öffnungsverhältnis (Blende: $m = d_2^2/d_1^2$)
m_T	kg	Tensidmasse
m_W	kg	Wassermasse
M_{fluid}	Nm	Rührerdrehmoment im Fluid
M_{leer}	Nm	Rührerdrehmoment in der Luft
M_t	Nm	Drehmoment
$\dot{n}$	mol/s	Molstrom (Gleichung 2.34)
N	s^{-1}	Anzahl der Umdrehungen pro Zeit (Rührerdrehfrequenz)
N_B	$-$	Anzahl der Rührerblätter
N_i	$-$	Anzahl in der Klasse i
N_S	$-$	Anzahl der Stromstörer
N_Z	$-$	Anzahl der Rührer auf einer Welle
P	W	Leistung
P_A	W	Anfahrleistung
P_M	W	Antriebsleistung
P_V	W	Verlustleistung
P/m	m^2/s^3	integraler Energieeintrag (Gleichung 2.24)
P/V	m^2/s^3	integraler Energieeintrag (Gleichung 2.24)
$Q_0(d_P)$	$-$	Anzahlsummenverteilung (Partikelgröße)
$Q_0(C)$	$-$	Anzahlsummenverteilung (Sehnenlänge)
$Q_3(d_P)$	$-$	Volumensummenverteilung (Partikelgröße)
$Q_3(C)$	$-$	Volumensummenverteilung (Sehnenlänge)
Δr	m	charakteristische(r) Länge bzw. Abstand

s_{FP}	s	Abstand Fokuspunkt-Sondenfenster (Abbildung 4.6)
t	s	Zeit
t	m	Rührerblattstärke
t_H	s	Homogenisierzeit
t_N	m	Nabenstärke
t_R	s	Rührzeit
T	$^\circ$	Temperatur
T_S	m	Stromstörerstärke
V	m^3	Volumen (Behältervolumen Gleichung 2.39)
$\dot{V}$	m^3/s	Volumenstrom
V_d	m^3	Dispersvolumen (Gleichung 2.37)
V_{ges}	m^3	gesamtes Volumen (Gleichung 2.37)
V_R	m^3	Rührervolumen (Gleichung 6.24)
$\bar{w}_1$	m/s	Fluidgeschwindigkeit im freien Querschnitt
$\bar{w}_2$	m/s	Fluidgeschwindigkeit im verengten Querschnitt (Blende)
$\vec{w}_{C1}$	m/s	Geschwindigkeitsvektor für Transformationsmatrix C (Gleichung 6.8)
$\vec{w}_{C2}$	m/s	Geschwindigkeitsvektor für Transformationsmatrix C (Gleichung 6.8)
$\vec{w}_{C3}$	m/s	Geschwindigkeitsvektor für Transformationsmatrix C (Gleichung 6.8)
w_{fluid}	m/s	Fluidgeschwindigkeit
$\bar{w}_i;\ \bar{w}$	m/s	mittlere Geschwindigkeit (u.a. Gleichung 2.4)
$\tilde{w}_i;\ \tilde{w}$	m/s	mittlere Geschwindigkeit im lokalen Koordinatensystem
$w_i(t)$	m/s	Momentangeschwindigkeit (Gleichung 2.4)
$w_i^{'}(t)$	m/s	turbulente Schwankungsgeschwindigkeit (Gleichung 2.4)
$w_i^{'};\ w^{'}$	m/s	Effektivwert der turbulenten Schwankungsgeschwindigkeit
$\bar{w}_{ax}$	m/s	mittlere, axiale Geschwindigkeit
$w_{ax}^{'}$	m/s	axiale turbulente Schwankungsgeschwindigkeit
w_{max}	m/s	maximale Strömungsgeschwindigkeit
$w_{max}^{'}$	m/s	maximale turbulente Schwankungsgeschwindigkeit
w_{laser}	m/s	Rotationsgeschwindigkeit des Lasers (FBRM®-Technology)
$\bar{w}_{rad}$	m/s	mittlere, radiale Geschwindigkeit
$w_{rad}^{'}$	m/s	radiale turbulente Schwankungsgeschwindigkeit
$w_{P,i};\ w_P$	m/s	alternierende Geschwindigkeit (Gleichung 2.11)
$\bar{w}_{tan}$	m/s	mittlere, tangentiale Geschwindigkeit
$w_{tan}^{'}$	m/s	tangentiale turbulente Schwankungsgeschwindigkeit
w_{tip}	m/s	Rührerumfangsgeschwindigkeit (Gleichung 2.22)
$\bar{w}_{\theta,i}$	m/s	mittlere Geschwindigkeit für einen bestimmten Drehwinkel θ

x	m	Koordinatenrichtung (auch als Indizes verwendet)
$\tilde{x}$	m	Koordinatenrichtung im lokalen Koordinatensystem
X	$-$	Anpassungsfaktor (Gleichung 5.17)
y	m	Koordinatenrichtung (auch als Indizes verwendet)
$\tilde{y}$	m	Koordinatenrichtung im lokalen Koordinatensystem
z	m	Koordinatenrichtung (auch als Indizes verwendet)
$\tilde{z}$	m	Koordinatenrichtung im lokalen Koordinatensystem
$\#/s$	s^{-1}	Anzahl der detektierten Partikel pro Sekunde

Griechische Symbole

α	$^\circ$	Rührerblattanstellwinkel
ϵ	m^2/s^3	Energiedissipation
$\bar{\epsilon}$	m^2/s^3	integraler Energieeintrag (Gleichung 2.24)
$\bar{\epsilon}_{min}$	m^2/s^3	minimaler integraler Energieeintrag
ϵ_{lok}	m^2/s^3	lokale Energiedissipation
ϵ_{max}	m^2/s^3	maximale Energiedissipation
Δ	m	Filterweite (Gittergröße)
η	$Pa \cdot s$	dynamische Viskosität der kontinuierlichen Phase
η_c	$Pa \cdot s$	dynamische Viskosität der dispersen Phase
η_d	$Pa \cdot s$	dynamische Viskosität
γ	$-$	Wichtungsfaktor für $\overline{C}_\gamma$ (Gleichung 4.3)
γ	N/m	Grenzflächenspannung
$\dot{\gamma}$	s^{-1}	Geschwindigkeitsgradient
$\tilde{\dot{\gamma}}$	s^{-1}	lokaler Geschwindigkeitsgradient
$\dot{\gamma}_{nn}$	s^{-1}	Normalgradient (Gleichung 6.16)
$\dot{\gamma}_{nt}$	s^{-1}	Schergradient (Gleichung 6.17)
$\dot{\gamma}_{tt}$	s^{-1}	Richtungsgradient (Gleichung 6.18)
$\dot{\gamma}_{outlet}$	s^{-1}	Geschwindigkeitsgradient im Rührerausströmbereich
$\dot{\gamma}_{tip}$	s^{-1}	Geschwindigkeitsgradient an der Rührerblattspitze (-kante)
Γ	$-$	Transportgröße (CFD)
λ	m	Mikromaßstab der Turbulenz (Gleichung 2.14)
Λ	m	Makromaßstab der Turbulenz
Λ_1	m	Makromaßstab der Turbulenz (Großraumströmung)
Λ_2	m	Makromaßstab der Turbulenz (rührernahe Strömung)
Λ_{min}	m	kleinster Makrowirbel (Abschätzung)
λ_R	$-$	Rohrreibungszahl

ν	m^2/s	kinematische Viskosität
ν_c	m^2/s	kinematische Viskosität der kontinuierlichen Phase
ν_d	m^2/s	kinematische Viskosität der dispersen Phase
$\bar{\nu}_{rel}$	$-$	mittlere relative Abweichung (Gleichung 5.10)
ϕ_d	$-$	Dispersvolumenanteil (Gleichung 2.37)
ρ	kg/m^3	Dichte
ρ_c	kg/m^3	Dichte der kontinuierlichen Phase
ρ_d	kg/m^3	Dichte der dispersen Phase
$\rho_{EAL,\text{Öl}}$	kg/m^3	Dichte des verwendeten EAL-Öls (Fa. Exxon Mobile)
σ	N/m	Oberflächenspannung (ggf. Membranspannung)
τ	Pa	Schub- bzw. Scherspannung
θ	°	Drehwinkel

Dimensionslose Kennzahlen

BW	Bewehrungskennzahl (Gleichung 5.1)
BW_{VB}	erforderliche Bewehrungskennzahl für Vollbewehrung
c_H	Homogenisierkennzahl (Gleichung 7.16)
Ne	Newtonzahl (Gleichung 2.3)
Ne_{VB}	Newtonzahl in vollbewehrten Behältern
Re	Reynoldszahl (Gleichung 2.1 und 2.2)
We	Rührer-Weberzahl (Gleichung 2.53)

Abkürzungen

BHK	Baby Hamster Kidney (tierische Zellen)
CHO	Chinese Hamster Ovary (tierische Zellen)
CIP	Cleaning in Place (deutsch: Reinigung vor Ort)
CEL	CFX-Expression Language
CFD	Numerische Fluiddynamik (*Computational Fluid Dynamics*)
CLD	Chord Length Distribution
E-PVC	**E**mulsionspolymerisations-Polyvinylchlorid
FBRM®	Focused Beam Reflective Measurement (Fa. Mettler-Toledo)
FVIII	Blutgerinnungsfaktor VIII
LDA	Laser Doppler Anemometry
LES	Large Eddy Simulation
MFR	multiple frame of reference (siehe Ansys [2])
NaCl	Natriumchlorid

PDA	Phasen Doppler Anemometry
PIV	Particle Image Velocimetry
PSD	Particle Shape Distribution
PVC	Polyvinylchlorid (siehe auch E-PVC)
PVM©	Particle Video Microscope (Fa. METTLER-TOLEDO)
RANS	REYNOLDS-Averaged-Navier-Stokes
rFVIII	rekombinanter Blutgerinnungsfaktor VIII
r.m.s.	root-mean-square
SAN	Styrol-Acryl-Nitril
SBR	Schrägblattrührer
SR	Scheibenrührer
SST	Shear-Stress-Turbulence Modell (FA. ANSYS)
TVT2	Tropfenvolumentensiometer (Fa. LAUDA)
VE	vollentsalztes (Wasser)

Kurzfassung

Stefan Wollny, 2010: ***Experimentelle und numerische Untersuchungen zur Partikelbeanspruchung in gerührten (Bio-)Reaktoren***

In dieser Arbeit wurde die Partikelbeanspruchung anhand von Tropfengrößenverteilungen ermittelt. Ein wesentliches Ergebnis besteht in der Feststellung, dass nur Inline-Messmethoden für derartige Untersuchungen geeignet sind. Demzufolge ist die *Focused Beam Reflective Measruement* (FBRM®-Technology) ausgewählt worden.

Systematisch untersucht wurden verschiedene Rührorgane bei unterschiedlichen Betriebsbedingungen. Dazu wurde eigens ein Flüssig/flüssig-Modellstoffsystem ausgewählt und charakterisiert. Die Vorteile dieses Stoffsystems sind der äußerst geringe Dichteunterschied, die geringe Grenzflächenspannung und die schnelle Stabilisierung der Grenzfläche sowie die sehr gute Detektionsmöglichkeit der Tropfen mit der FBRM®-Technology. Da bei diesen Untersuchungen die Tropfen des Flüssig/flüssig-Modellstoffsystems trotz der sehr geringen spezifischen Rührerleistung ($P/V \leq 30\ W/m^3$) eindeutig im Dissipationsbereich beansprucht werden, sind die Ergebnisse auch zur Beschreibung der Zellbeanspruchung (u.a. tierischer Zellen) in gerührten Bioreaktoren geeignet. Es wird deutlich, dass bei gleichem Leistungseintrag das Rührorgan mit der höchsten Rührerumfangsgeschwindigkeit auch die größten Belastungen auf die Tropfen ausübt. Dies bedeutet, dass bei gleicher spezifischer Rührerleistung ein 6-Blatt-Scheibenrührer im Vergleich zu einem 3x24°-Schrägblattrührer *beanspruchungsärmer*, jedoch bei gleicher Rührerumfangsgeschwindigkeit beanspruchungsintensiver ist. Der Axialrührer muss bei gleichem Leistungseintrag schneller als der Radialrührer rotieren und produziert demzufolge die höheren Geschwindigkeitsgradienten. Mithilfe der numerischen Fluiddynamik (CFD-Computational Fluid Dynamics) konnte gezeigt werden, dass die größere Beanspruchung die Folge der höheren Schergradienten ist, Normalgradienten spielen eindeutig eine untergeordnete Rolle. Abschließend werden das Rühren mit/ohne Stromstörer, die Maßstabsübertragung und das Abbauen von Oberflächenschichten hinsichtlich der Partikelbeanspruchung diskutiert.

1 Einleitung

Partikelbeanspruchungen in Reaktoren der pharmazeutischen, biotechnologischen und chemischen Industrie spielen häufig eine zentrale Rolle bei der Bewertung der Produktionsverfahren im Allgemeinen sowie der Qualität, der Umweltverträglichkeit und der Wirtschaftlichkeit im Besonderen. Die Ursachen dafür liegen im Folgenden:

Pharmazeutische und biotechnologische Industrie

Fermentationsprozesse mit tierischen Zellen, welche keine schützenden Zellwände besitzen, sind durch die notwendige (*blasenfreie*) Sauerstoffversorgung (Biedermann [7], Brod et. al [12], Pohlscheidt [63], [64]) und durch die zellschädigende Wirkung der Rührer bzw. durch die von dem Rührer produzierte Turbulenz limitiert[1]. Seit Langem ist auch bekannt, dass Enzyme durch mechanische Beanspruchungen zum Beispiel in Rührbehältern und/oder Blasensäulenreaktoren an Aktivität verlieren (Henzler [33], Hülscher [39], Joshi et al. [42]). Selbst bei Kulturen mit pflanzlichen Zellen, die eine Zellwand besitzen, wird die Produktivität dieser Zellen durch die Rührbedingungen negativ beeinflusst, auch wenn die Zellen nicht zerstört werden (Eibl et al. [19]).

Chemische Industrie

Bei *Kristallisationsprozessen* ist ein notwendiger Energieeintrag zur Aufwirbelung und Suspendierung der Kristalle notwendig. Dem steht jedoch ein limitierter Energieeintrag zur Verhinderung des Kristallabriebs, welcher zur so genannten *sekundären Keimbildung* führen kann, entgegen. Die Folge der *sekundären Keimbildung* ist eine unerwünschte Veränderung der Partikelgrößenverteilungen (breitere Verteilung und/oder die Reduzierung der mittleren Korngröße). In Großanlagen wird der Kristallabrieb durch ein Nichtüberschreiten der kritischen Rührerumfangsgeschwindigkeit von z.B. $w_{tip} \approx 6\ m/s$ für Natriumchlorid ($NaCl$) verhindert (Ulrich [85]).

Die aufwändige und in der Folge kostenintensive Abtrennung sogenannter Feinsttropfen ($d_P < 100\ \mu m$) in industriellen Reaktoren, speziell in Mixer-Settler-Anlagen (Ritter [66]), kann durch ein besseres physikalisches Verständnis der Partikelbeanspruchung ver-

[1] Siehe auch *Zellkultivierung in Bioreaktoren* am Ende dieses Abschnitts.

mieden werden. Bei der Pfropfung von Polymeren, z.B. Butadienlatex in *Styrol-Acryl-Nitril (SAN)*, ist die Bildung von Koagulaten ein weiteres Problem, das die Ausbeute und Anlagenstandzeiten wesentlich bestimmt. Ebenso neigen bestimmte Dispersionen bei *Emulsionspolymerisationen* (*z.B. E-PVC-Produktion*) zu unerwünschten Partikelkoagulationen, deren Entstehung durch zu hohe Partikelbeanspruchungen begünstigt wird. Diese Koagulate können den Produktionsprozess empfindlich stören und im ungünstigsten Fall die Produktion sogar komplett zum Erliegen bringen.

Fragestellungen

Zunächst kann und muss daraus der Schluss gezogen werden, dass für die Auslegung der meisten Prozesse und Apparate eine *örtliche Betrachtungsweise* notwendig ist. Daher scheint eine Kopplung zur räumlich aufgelösten Fluiddynamik mittels der numerischen Strömungssimulation (CFD) vielversprechend. *Demnach ist z.B. eine Unterscheidung zwischen der Wirkung von Schubspannungen (Scherung) und Normalspannungen (Dehnung/ Stauchung) möglich.*

Weiterhin besteht die Problematik bei der Partikelbeanspruchung darin, dass die Ursachen für die mechanischen bzw. hydrodynamischen Beanspruchungen bisher nicht eindeutig geklärt worden sind. Das wird vor allem bei den unterschiedlichen Empfehlungen zur *Maßstabsübertragung* deutlich. Zum einen wird eine konstante spezifische Rührerleistung $\rightarrow \ \bar{\epsilon} = const.$ empfohlen (siehe u.a. Henzler [33], Pohlscheidt [63], Zlokarnik [103]), wodurch die Mikroturbulenz als Ursache der Partikelbeanspruchung thematisiert wird. Zum anderen wird von Ritter [66], Ulrich [85], Werner [89] und Wu et al. [97] eine konstante Rührerumfangsgeschwindigkeit $\rightarrow \ w_{tip} = const.$ definiert, wodurch die Scherung an den Rührerblattspitzen erfasst wird. Zusammenfassend treten bei dieser Thematik immer wieder die nachstehenden Fragestellungen auf:

1. *Welche Rührertypen - Axial-, Radialrührer oder* Spezialentwicklungen *(Hydrofoil) - sind zum* ***effektiven Dispergieren*** *geeignet?*
2. *Durch welche* ***Kräfte wird der Dispergierprozess*** *bewerkstelligt? Gibt es hier wesentliche Unterschiede zwischen den einzelnen Rührern sowie deren Betriebsweise?*
3. *Wie verändert sich die Partikelbeanspruchung bei einer* ***Modifikationen der Rührergeometrie*** *(u.a. Blatthöhe, -breite, -stärke, -anstellwinkel) bzw. -konfiguration (Einbautiefe, Stufenanzahl, Füllhöhe)?*
4. *Welchen Einfluss haben die* ***Stromstörer*** *(Anzahl, Breite, Eintauchtiefe, Form) bzw. die Bewehrung auf den Dispergierprozess?*

5. *Welcher* ***Leistungseintrag*** *ist für die gleiche Partikelbeanspruchung notwendig?*

6. *Welche Rolle spielt die* ***Rührerumfangsgeschwindigkeit****?*

7. *Ist es möglich übergeordnete Kriterien zu finden, die den Dispergiereffekt beschreiben? Oder können* ***Auslegungskriterien*** *konkret für eine* beanspruchungsreiche bzw. -arme *Betriebsweise angegeben werden?*

Für die Beantwortung dieser Fragen müssen zunächst die experimentellen und numerischen Voraussetzungen geschaffen werden. Das heißt, es sind das zu benutzende Stoffsystem, charakteristische Rührer und die Messtechnik auszuwählen. *Das Ziel besteht darin die Partikelgröße bzw. die Partikelbeanspruchung aus den rührtechnischen Parametern zu berechnen. Letztlich wird eine verbesserte und vor* ***allem vereinfachte Auslegung und Gestaltung*** *entsprechender Reaktoren sowie eine optimierte Fahrweise in Aussicht gestellt.* Durch diesen Wissensvorsprung lassen sich entscheidende Wettbewerbsvorteile in zukunftsträchtigen Branchen (chemische Industrie, Bio-, Lebensmittel- und Pharmatechnologie) mit herausragenden Wertschöpfungspotentialen erreichen. Das nachstehende Beispiel wird dies verdeutlichen.

Zellkultivierung in Bioreaktoren

Am Beispiel der Zellkultivierung in gerührten Bioreaktoren soll das Wertschöpfungspotenzial hinsichtlich der Partikel- bzw. in diesem konkreten Fall der Zellbeanspruchung erörtert werden. ***Hämophilie A*** ist eine genetisch bedingte Bluterkrankheit, die mit einer Frequenz von 1:5.000 nur bei Männern auftritt (Schmid [72]). Nach Schätzungen sind in Deutschland etwa 6.000 Personen betroffen (Berger et al. [6]). Bei den Betroffenen fehlt der Gerinnungsstoff *Faktor VIII (kurz: FVIII)*, wodurch die Blutgerinnung gestört ist. Selbst für gewöhnlich einfache Verletzungen (Schnitt- und Rissverletzungen, aber auch Prellungen) können zu starkem Blutverlust führen. Zudem können bei den Betroffenen die häufig auftretenden, schmerzhaften Gelenkeinblutungen langfristige Behinderungen zur Folge haben. Zur Behandlung muss den Patienten der *Blutgerinnungsfaktor VIII* verabreicht werden. Die Therapiekosten für Hämophilie-Patienten werden in Deutschland auf jährlich über 450 Mio. Euro geschätzt (Berger et al. [6]). Dies entspricht durchschnittlich etwa 75.000 Euro pro Patient und Jahr. In schwerwiegenden Fällen können diese Kosten jedoch auf über 5 Mio. Euro pro Patient und Jahr ansteigen (siehe Berger et al. [6], Welt-Online [88]). In diesem Zusammenhang geben Berger et al. [6] zu bedenken, dass über 90 Prozent der Behandlungskosten[2] auf die Medikamente entfallen.

[2] Die Behandlungskosten setzen sich aus medikamentöser Therapie sowie ambulanter und stationärer Behandlung zusammen.

Der notwendige Blutgerinnungsfaktor *VIII* kann zum einen aus Spenderblut (Plasma → konventionelle Methode) gewonnen werden. Somit benötigt ein *Hämophilie*-Patient etwa 1.000 Blutspenden jährlich, was bedeutet, dass 74 Spender 15 mal pro Jahr Blut spenden müssen (siehe LARISCH [51]). Zum anderen kann das Eiweiß *FVIII* jedoch auch gentechnisch produziert werden. Aktuell werden in Deutschland etwa 50 Prozent der Patienten mit gentechnisch hergestellten (rekombinanten) *Faktor VIII* (→ *rFVIII*) therapiert (BERGER et al. [6], LARISCH [51]). Dadurch fallen allein in Deutschland Kosten von mehr als 200 Mio. Euro jährlich für die gentechnisch hergestellten Medikamente (z.B.: RECOMBINATE® von der Fa. BAXTER HYLAND IMMUNO; KOGENATE® von der Fa. BAYER HEALTHCARE; siehe BÖDEKER [11]) zur Behandlung der *Hämophilie A* an.

In gerührten Bioreaktoren können die *rekombinanten Tierzellen*, welche infolge der fehlenden Zellwände besonders beanspruchungsempfindlich sind (siehe u.a. DINHOF [17], EIBL et al. [19], HENZLER [32], [33]) gezüchtet werden. Eine Übersicht zur gentechnischen Herstellung von Blutgerinnungsfaktoren wurde durch BÖDEKER [11] publiziert. Dabei wird deutlich, dass die Suspensions- bzw. adhärenten Zellen (*CHO*- oder *BHK*-Zellen)[3] in gerührten Fermentern mit 50 *L* (u.a. Fa. BAYER HEALTHCARE) bis zu 2.500 *L* (u.a. Fa. BAXTER HYLAND IMMUNO) Inhalt in kontinuierlichen oder halbkontinuierlichen Prozessen kultiviert werden. In diesem Sinne vergleicht SCHMID [72] die konventionelle Herstellung (Blutspenden) mit der Zellkultivierung in Bioreaktoren. Demnach werden für die Herstellung von *1 Milligramm FVIII* etwa 500 Blutspender oder 100 L Blutplasma benötigt. Dagegen können in einem Bioreaktor *2 Milligramm rFVIII* pro Liter Zellkultur in *200 Stunden* produziert werden.

> *Das bedeutet, dass in einem* 500 *L − Fermenter in* nur *acht Tagen* 1.000 Milligramm rFVIII *hergestellt werden können [72]. Diese Menge entspricht* 0,5 *Mio* Blutspenden. *Zum Vergleich im Jahr 2002 sind etwa* 3,6 *Mio Vollblutspenden in Deutschland entnommen wurden [18].*

Hinsichtlich der *verfahrenstechnischen Aufgaben* in (gerührten) Bioreaktoren muss geschlussfolgert werden, dass die erforderliche Luftzufuhr (→ k_La-Wert) bei gleichzeitiger ***schonender*** **Umwälzung (→ Mischzeit)**, welche für eine ausreichende Nährstoffversorgung notwendig ist, von großer Bedeutung ist. Dabei kollidieren diese elementaren Rühraufgaben miteinander. Das heißt, dass eine Erhöhung des Stofftransportes (Sauerstoffver- und Kohlenstoffdioxidentsorgung) in der Regel zur Steigerung der Zellbeanspruchung führt. Letztlich sind Reaktoren (inkl. der Rührorgane) und Betriebsweisen zu wählen, die auch bei geringsten Beanspruchungen die notwendige Sauerstoffversor-

[3] CHO - Chinese Hamster Ovary, BHK - Baby Hamster Kidney

Tabelle 1.1: *Vergleich von kommerziellen Bioreaktoren aus* EIBL *et al. [19]*

	Mikroorganismen	**tierische Zellen**	**Pflanzenzellen**
Reaktorgröße	$> 100\ m^3$	$\leq 25\ m^3$	$\leq 100\ m^3$
k_La	$> 20\ h^{-1}$	$\leq 15\ h^{-1}$	$\leq 15\ h^{-1}$
P/V	$4.000 - 10.000\ W/m^3$	$30 - 50\ W/m^3$	$20 - 2.000\ W/m^3$
w_{tip}	$< 20\ m/s$	$0,3 - 2\ m/s$	$\leq 2,5\ m/s$
Begasungsart	*Blasenbegasung*	*Blasenbegasung bzw. blasenfreie Begasung*	*Blasenbegasung bzw. blasenfreie Begasung*
Beispiel	*E.coli*	*CHO*	*T.chinensis*

gung sicher stellen können. Um die beanspruchungsempfindlichen Zellen nicht zu schädigen, sind bezüglich der *Rührtechnik* in erster Linie die *eingetragenen Rührleistungen* (P/V bzw. P/m oder $\bar{\epsilon}$ - siehe Gleichung 2.24) sowie die *Rührerumfangsgeschwindigkeiten* (w_{tip} - siehe Gleichung 2.22) von Interesse. Dazu sind von EIBL et al. [19] typische Leistungseinträge sowie Rührerumfangsgeschwindigkeiten und die entsprechenden k_La-Werte angegeben worden (siehe Tabelle 1.1). Abschließend muss festgestellt werden, dass bei unzureichendem Betrieb bzw. falscher Auslegung eines gerührten Bioreaktors die tierischen Zellen durch hydromechanische Beanspruchungen irreversibel geschädigt werden können. Dies führt letztlich zu *sehr* teuren Produktionsausfällen.

2 Stand des Wissens

2.1 Turbulente Strömungen

2.1.1 Allgemeine Beschreibung der Turbulenz

In diesem Abschnitt werden die turbulenten (Rührwerks-)Strömungen[1] thematisiert, um das Verständnis für die anschließenden Ausführungen zur Partikelbeanspruchung zu ermöglichen. Eine grundlegende Unterscheidung der Strömungsart in *laminar* oder *turbulent* erfolgt durch die Reynoldszahl:

$$Re = \frac{Fluidgeschwindigkeit \cdot \text{char. Länge}}{\text{Fluidviskosität}} = \frac{w_{fluid} \cdot L}{\nu} \tag{2.1}$$

die ein Verhältnis der Strömungsgeschwindigkeit zur inneren Reibung (Fluidviskosität) darstellt. In Rohrleitungen ist die Strömung unter der Voraussetzung einer newtonschen Flüssigkeit für Reynoldszahlen kleiner als 2.320 laminar ($\rightarrow$ charakteristische Länge L ist gleich dem Rohrinnendurchmesser d_1). Bei höheren Reynoldszahlen bilden sich turbulente Strukturen, das heißt dreidimensionale Wirbel in der Strömung aus. Dieser Bereich wird als Übergangsbereich bezeichnet. Mit steigender Turbulenz verringert sich der Einfluss der Fluidviskosität zunehmend, sodass bei sehr hohen Reynoldszahlen die Strömung unabhängig von der Viskosität ist ($\rightarrow$ vollturbulente Strömung). In der Folge ist die Rohrreibungszahl λ_R in turbulenten Strömungen unabhängig von der Reynoldszahl (Bohl [10]). Zur Ermittlung der Reynoldszahl in Rührreaktoren wird die Fluidgeschwindigkeit w_{fluid} durch die Rührerumfangsgeschwindigkeit, konkret durch die Rührerdrehfrequenz N und dem Rührerdurchmesser d ($\rightarrow \ w_{tip} \propto N \cdot d$) substituiert. Zudem wird die charakteristische Länge L durch den Rührerdurchmesser d ersetzt. Demnach gilt für die Rührer-Reynoldszahl:

$$Re = \frac{N \cdot d^2}{\nu} = \frac{N \cdot d^2 \cdot \rho}{\eta}. \tag{2.2}$$

[1] Die verwendete Nomenklatur ist den Abbildungen 4.1, 4.2, 4.3 und 4.4 zu entnehmen. Dabei ist zu beachten, dass *Kleinbuchstaben* für die Angaben zum Rührorgan und *Großbuchstaben* für die Reaktorabmessungen verwendet worden sind.

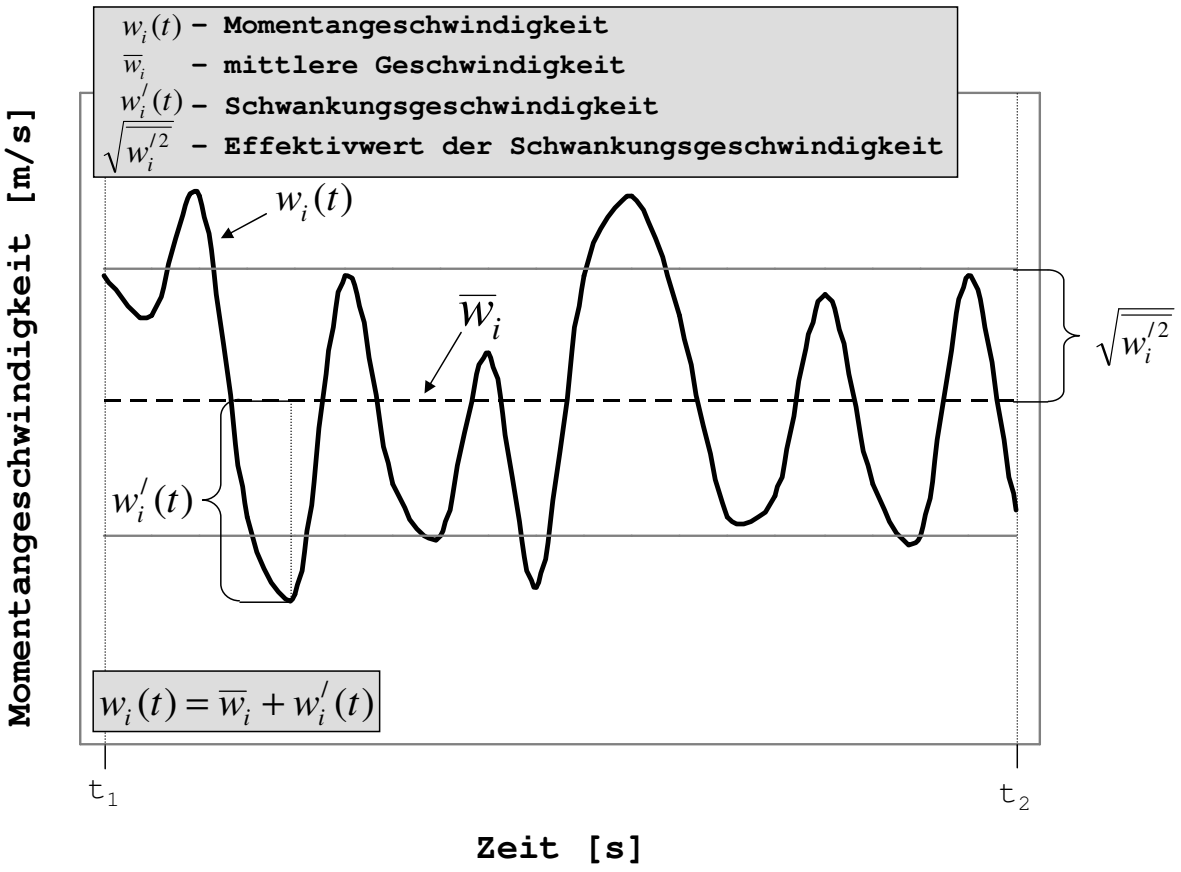


Abbildung 2.1: *Definition der Geschwindigkeiten in i-ter Richtung*

Analog zur Rohrreibungszahl λ_R ist der dimensionslose Leistungseintrag in gerührten Reaktoren, die NEWTONzahl:

$$Ne = \frac{P}{\rho \cdot N^3 \cdot d^5} = \frac{2 \cdot \pi \cdot M_t}{\rho \cdot N^2 \cdot d^5} \tag{2.3}$$

in vollturbulenten Strömungen ($Re > 10.000$) unabhängig von der REYNOLDSzahl: $Ne = Re^0 = const.$. Dagegen ist die NEWTONzahl im laminaren Strömungsbereich direkt proportional zur REYNOLDSzahl: $Ne/Re = const.$.

Unterscheidung der Geschwindigkeiten Die Geschwindigkeiten in turbulenten Strömungen sind von der Zeit und vom Ort abhängig. Die zeitliche Abhängigkeit ist vereinfacht in der Abbildung 2.1 dargestellt. Darin ist zu erkennen, dass die *Momentangeschwindigkeit* $w_i(t)$ um einen Mittelwert $\overline{w}_i$ schwankt. Diese Schwankungen, d.h. die fluktuierenden Abweichungen von der *mittleren Geschwindigkeit* $\overline{w}_i$, werden als *turbulente Schwankungsgeschwindigkeiten* $w_i'(t)$ verstanden. Somit gilt für die momentanen (zeitabhängigen) Geschwindigkeiten der nachstehende Zusammenhang, der auch als REYNOLDSmittelung bekannt ist:

$$w_i(t) = \overline{w}_i + w_i^{'}(t). \tag{2.4}$$

Werden die turbulenten Schwankungsgeschwindigkeiten über die Zeit (z.B. $\Delta t = t_2 - t_1$) gemittelt, können die fluktuierenden Geschwindigkeiten zum *Effektivwert der Schwankungsgeschwindigkeiten*:

$$\sqrt{\overline{w_i^{'2}}} = w_i^{'} \tag{2.5}$$

auch mit r.m.s (**r**oot-**m**ean-**s**quare) bezeichnet, zusammengefasst werden. Zusätzlich ist die Geschwindigkeit von der Richtung abhängig. Da turbulente Wirbel dreidimensional sind, werden drei Geschwindigkeitskomponenten benötigt, wodurch sich für ein kartesisches Koordinatensystem $w_x(t)$, $w_y(t)$ und $w_z(t)$ ableiten lässt. Den Gleichungen 2.4 und 2.5 folgend, ergeben sich auch drei *Effektivwerte der Schwankungsgeschwindigkeiten* $w_x^{'}$, $w_y^{'}$, $w_z^{'}$, womit die *turbulente spezifische kinetische Energie* der Strömung definiert wird:

$$k = \frac{1}{2} \cdot \left(w_x^{'2} + w_y^{'2} + w_z^{'2} \right). \tag{2.6}$$

Unter der Voraussetzung einer lokalisotropen Turbulenz, deren Annahme durch Kolmogoroff für vollturbulente Strömungen theoretisch hergeleitet worden ist, können die Effektivwerte der Schwankungsgeschwindigkeiten durch:

$$w^{'} = \sqrt{\overline{w^{'2}}} = \sqrt{\overline{w_x^{'2}}} = \sqrt{\overline{w_y^{'2}}} = \sqrt{\overline{w_z^{'2}}} \tag{2.7}$$

vereinfacht werden. Folglich lässt sich die Gleichung 2.6 zu nachstehender Beziehung umformulieren:

$$k = \frac{3}{2} \cdot w^{'2}. \tag{2.8}$$

Für den häufig eintretenden Sonderfall der zweidimensionalen Geschwindigkeitsmessungen (z.B. *Particle-Image-Velocimetry* $\rightarrow$ PIV und *Laser-Doppler-Anemometrie* $\rightarrow$ LDA) gilt demnach:

$$w_z^{'2} = \frac{w_x^{'2} + w_y^{'2}}{2} \tag{2.9}$$

wodurch die turbulente spezifische kinetische Energie durch folgenden Ausdruck berechnet werden kann:

$$k = \frac{3}{4} \cdot \left(w_x^{'2} + w_y^{'2} \right). \tag{2.10}$$

2.1.2 Rührreaktor - Rotierendes System

In einem rotierenden System, wie es für einen Rührreaktor gegeben ist, muss die Betrachtung der momentanen Geschwindigkeiten $w_i(t)$ differenziert werden. So kann die Strömung im Rührbehälter:

- *von einem festen Bezugspunkt*, das heißt der Rührer bewegt sich (→ *Eulersche Betrachtungsweise*[2]) und
- *von einem mitbewegten Bezugspunkt*, das heißt der Rührer ist fix und der *„Reaktor bewegt sich“* (→ *Lagrangsche Betrachtungsweise*[3])

betrachtet werden (siehe auch Stoots et al. [81]). Üblicherweise wird die *Eulersche Betrachtungsweise*, das heißt der Rührer dreht sich und der Reaktor inkl. der Stromstörer ist fix, bevorzugt. Diese Betrachtung ergibt sich auch bei den meisten Messverfahren zur Ermittlung von Strömungsgeschwindigkeiten (LDA, PIV, Hitzedrahtanometer), da der Messbereich relativ zum Reaktor fest definiert ist. In der Folge ist die Momentangeschwindigkeit in einem bewehrten Rührreaktor auch vom *Rührerdrehwinkel* θ abhängig. Somit kann an einen bestimmten Punkt im Reaktor eine *alternierende Geschwindigkeitsschwankung* w_P infolge des Vorüberziehens der Rührerblätter, wahrgenommen werden. Für die mittlere Geschwindigkeit an einer definierten Stelle im Reaktor gilt (Gabriele et al. [22]):

$$\overline{w} = \overline{w}_\theta - w_P. \tag{2.11}$$

Mathematisch bedeutet das, dass die Momentangeschwindigkeit $w_i(t)$ an einem festen Bezugspunkt im Reaktor gleich der Summe aus turbulenter Schwankungsgeschwindigkeit $w_i^{'}(t)$, mittlerer, drehwinkelaufgelöster Geschwindigkeit $\overline{w}_{\theta,i}$ und alternierender Geschwindigkeit $w_{P,i}$ ist (vgl. auch mit Gleichung 2.4):

$$w_i(t) = (\overline{w}_{\theta,i} - w_{P,i}) + w_i^{'}(t) = \overline{w}_i + w_i^{'}(t). \tag{2.12}$$

Schlussfolgernd kann festgestellt werden, dass in rotierenden Systemen die *Betrachtung des Drehwinkels* notwendig ist. Dementsprechend werden bei drehwinkelaufgelösten Messungen (siehe u.a. Schäfer [69]) die alternierenden Geschwindigkeiten eliminiert:

$$w_{P,i} = 0 \rightarrow \; w_i(t) = \overline{w}_{\theta,i} + w_i^{'}(t).$$

[2] Diese Betrachtung kann auch mit einer Person am Bahnsteig gleichgesetzt werden. Demnach sieht die Person den fahrenden Zug vorbeiziehen.

[3] Diese Betrachtung kann auch mit einer Person die sich im fahrenden Zug befindet gleichgesetzt werden. Demnach sieht die Person die Umgebung vorbeiziehen.

In der Folge kann die Turbulenz mithilfe der turbulenten Schwankungsgeschwindigkeiten $w_i'(t)$ exakt bestimmt werden. Dagegen werden bei zeitgemittelten Untersuchungen die alternierenden Geschwindigkeiten unterschlagen, wodurch die Geschwindigkeiten nicht korrekt erfasst werden können (siehe auch im Abschnitt: *Partikelbeanspruchung in turbulenten Strömungen - Indirekte Methoden*). Dieser Effekt wird auch als *Scheinturbulenz* bezeichnet.

2.1.3 Beschreibung der Makro- und Mikroturbulenz

Der Energiefluss in einem Rührkessel wird mit der *Wirbel- bzw. Energiekaskade* veranschaulicht (siehe Abbildung 2.2). Durch die Bewegung des Rührers wird Turbulenz erzeugt. Die dadurch entstehenden Wirbel haben einen Wirbeldurchmesser, welcher mit der halben Rührerblatthöhe $h/2$ abgeschätzt werden kann. Da in den meisten Fällen (Scheiben- und Schrägblattrührer) die dimensionslose Rührerblatthöhe mit $h/d = 0,2$ definiert ist, können die Abmessungen der größten Wirbel mit 10 Prozent des Rührerdurchmessers gleichgesetzt werden:

$$\Lambda \approx h/2 = d/10. \tag{2.13}$$

Die großen Wirbel zerfallen kaskadenartig in immer kleinere Wirbel und übertragen dabei deren Bewegungsenergie auf die kleineren Wirbel. Der Zerfall der größten Wirbel in immer kleinere Wirbel findet solange statt, bis die Reibungsenergie, welche infolge der Fluidviskosität vorhanden ist, gegenüber der kinetischen Energie der Wirbel dominant wird. In diesem Fall ist die lokale REYNOLDSzahl eins ($Re_{lok} = 1$) und die Bewegungsenergie der Wirbel wird in Wärme umgewandelt. Dieser Vorgang wird auch als ***(Energie-)Dissipation*** bezeichnet. Die kleinsten noch vorhandenen Wirbel, die auch als Mikromaßstab der Turbulenz bezeichnet werden, können durch die von KOLMOGOROFF theoretisch hergeleitete Gleichung:

$$\lambda = \left(\frac{\nu^3}{\epsilon}\right)^{0,25} \tag{2.14}$$

berechnet werden (zitiert u.a. in HENZLER [33], KRAUME [46], LIEPE [52], [53], [54] sowie ZLOKARNIK [103]). Aus Gründen der Erhaltungssätze (Energie, Masse) stellt sich ein Gleichgewicht zwischen der durch den Turbulenzerzeuger (z.B. Rührer) *zugeführten kinetischen Energie* und der *dissipierten Energie* (Wärme) ein.

> *Demzufolge wird die gesamte, zugeführte mechanische Energie, welche mithilfe der* NEWTON*zahl (Gleichung 2.3) bestimmt werden kann, zunächst in kinetische Energie und daraufhin in Wärme umgewandelt.*

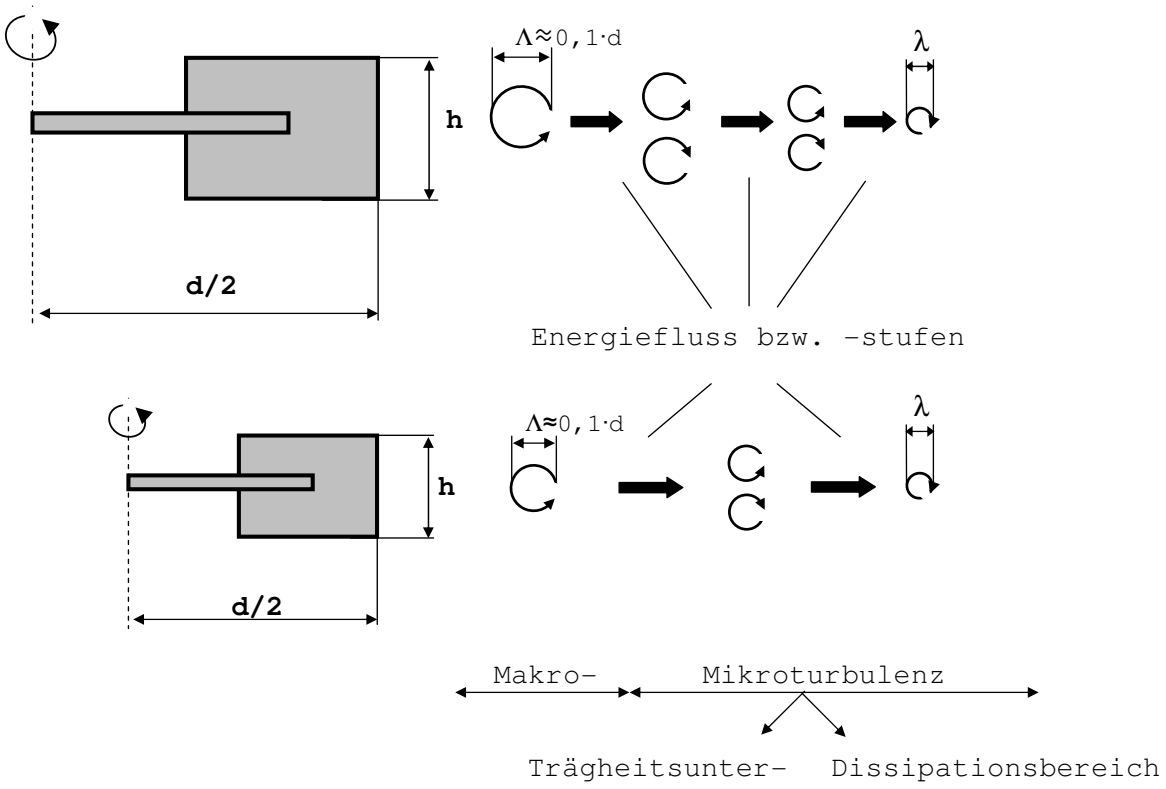


Abbildung 2.2: *Wirbelkaskade nach* KRAUME *[46], Λ-Makromaßstab, λ-Mikromaßstab*

Die Anzahl der *„Energiestufen“* zwischen dem Makro- Λ und dem Mikromaßstab λ ist von deren Größenverhältnis Λ/λ abhängig. So steigt die Anzahl der *„Energiestufen“* mit wachsendem Verhältnis Λ/λ. Dieser Effekt ist in der Abbildung 2.2 durch die unterschiedlichen Rührerdurchmesser, die verschiedene Maßstäbe symbolisieren sollen, vereinfacht dargestellt. Mit steigendem Rührerdurchmesser d steigen auch die Abmessungen der größten Wirbel, da: $\Lambda \approx d/10$. Jedoch ist der Mikromaßstab der Turbulenz λ nur von der Fluidviskosität ν und der eingetragenen Leistung ϵ abhängig (siehe Gleichung 2.14). Somit sind die Wirbel des Mikromaßstabs λ in beiden Fällen gleich groß, unter der Voraussetzung, dass die eingetragene Leistung ϵ und die Viskosität ν konstant sind. Die Schlussfolgerung hieraus ist, dass die Anzahl der *„Energiestufen“* in (geometrisch ähnlichen) Laborreaktoren im Vergleich zu Produktionsreaktoren signifikant geringer ist. Dieser Aspekt muss bei der Maßstabsübertragung vom Labor- zum Produktionsmaßstab (bzw. umgekehrt) beachtet werden. Ansonsten kann bei zu geringen Abmessungen der Laborreaktoren die Turbulenz nicht korrekt abgebildet werden. In der Folge ist z.B. der *Trägheitsunterbereich* nicht vorhanden und die nachfolgenden Modellgleichungen (siehe u.a. Gleichung 2.15 und 2.19 bzw. Gleichung 2.54 und 2.55) sind nur eingeschränkt anwendbar.

Im Falle einer ***vollausgebildeten Turbulenz*** ist der Makromaßstab Λ durch den *Trägheitsunterbereich* vom kleinsten noch vorhandenen Wirbel λ (Mikromaßstab) getrennt.

Das heißt zur besseren Beschreibung der Mikroturbulenz wird diese zusätzlich in einen *Trägheitsunter-* und einen *Dissipationsbereich* unterteilt (siehe auch Abbildung 2.2). Diese Einteilung erfolgt anhand des Verhältnisses der kleinsten Wirbel λ zum *Abstand zwischen zwei benachbarten Punkten* Δr (siehe u.a. HENZLER [33], LIEPE [52], SHINNAR [75]). So gilt nach HENZLER [33]:

- $25 \cdot \lambda < \Delta r < 0,1 \cdot \Lambda$ für den *Trägheitsunterbereich* und
- $\Delta r < 6 \cdot \lambda$ für den *Dissipationsbereich*.

Der *Trägheitsunterbereich* zeichnet sich durch turbulent fließende Wirbel und der *Dissipationsbereich* durch laminar fließenden Wirbel aus. Zudem ist der Übergang zwischen dem *Trägheitsunter-* in den *Dissipationsbereich* fließend, sodass sich ein *Übergangsbereich* ergibt, welcher durch:

- $6 \cdot \lambda < \Delta r < 25 \cdot \lambda$

charakterisiert ist. Weiter ist für die Ausbildung des *Trägheitsunterbereiches* das Verhältnis des Makro- zu Mikromaßstabes Λ/λ entscheidend. So wird ein Mindestverhältnis von:

- $\Lambda/\lambda \geq 150...200$ durch LIEPE [52] bzw.
- $\Lambda/\lambda \geq 125...250$ durch HENZLER [33]

für eine vollausgebildete Turbulenz vorausgesetzt. Zusätzlich wird von LIEPE et al. [52] eine MindestREYNOLDSzahl von $Re = 14.000$ für einen 6-Blatt-Scheibenrührer mit $d/D = 0,5$ bzw. $Re = 40.000$ für einen 6x45°-Schrägblattrührer in Rührernähe angegeben.

Der *„Theorie der isotropen Turbulenz“* nach KOLMOGOROFF folgend gilt im *Trägheitsunterbereich* für die Schwankungsgeschwindigkeit (LIEPE [52], [54] bzw. SHINNAR [75]):

$$w'^2 = 1,9 \cdot (\epsilon \cdot \Delta r)^{2/3} \tag{2.15}$$

bzw.

$$\epsilon \propto \frac{w'^3}{\Delta r} \tag{2.16}$$

was dem Ansatz von BATCHELOR [5]

$$\epsilon = A \cdot \frac{w'^3}{\Lambda} \propto \frac{k^{3/2}}{\Lambda} \tag{2.17}$$

gleicht. Für turbulente Strömungen in gerührten Behältern empfiehlt BRODKEY [8] den Makromaßstab der Turbulenz mithilfe des Rührerdurchmessers zu beschreiben: $\Lambda \propto d$ (siehe Gleichung 2.13). Der Ansatz von BATCHELOR [5] sowie BRODKEY [8] ist eine einfache, halbempirische Methode zur Ermittlung der lokalen Energiedissipation ϵ_{lok} mithilfe der turbulenten Schwankungsgeschwindigkeiten w', welche experimentell (LDA, PIV) bestimmt werden können (siehe u.a. GABRIELE et al. [22], GEISLER [25], SCHÄFER [69], WERNER [89], ZHOU et al. [99]). In diesem Zusammenhang sind jedoch die *Vereinfachungen*:

$$\Delta r \propto \Lambda \propto d \tag{2.18}$$

(Vergleiche mit Gleichungen 2.13, 2.16, 2.17) kritisch zu betrachten und ggf. anwendungsorientiert zu überprüfen (siehe auch *Abschnitt: Maßstabsübertragung*).

Im *Dissipationsbereich* wird die kinetische Energie der Strömung infolge der inneren Reibung ($\rightarrow$ Fluidviskosität) in Wärme umgewandelt. Daher besteht ein Zusammenhang zwischen der turbulenten Schwankungsgeschwindigkeit und der Fluidviskosität ν_C, welcher durch KOLMOGOROFF wie folgt quantifiziert wurde (LIEPE et al. [52], [54] bzw. SHINNAR [75]):

$$w'^2 = \frac{\epsilon \cdot \Delta r^2}{15 \cdot \nu_C}. \tag{2.19}$$

Demnach ist im *Dissipationsbereich* die lokale Energiedissipation nur noch zum Quadrat der turbulenten Schwankungsgeschwindigkeit proportional (vgl. mit Gleichung 2.16 im *Trägheitsunterbereich*). Dies bedeutet, dass im *Trägheitsunterbereich* die lokale, turbulente Schwankungsgeschwindigkeit bei einer Verdoppelung der eingetragenen spezifischen Rührerleistung:

$$\bar{\epsilon} = \frac{P}{m} \propto \epsilon \tag{2.20}$$

um 26 Prozent ansteigt (Gleichung 2.15). Dagegen vergrößert sich im *Dissipationsbereich* die turbulente Schwankungsgeschwindigkeit bei doppeltem Leistungseintrag um 41 Prozent (Gleichung 2.19). Dass diese Fakten signifikante Auswirkungen auf die Partikelbeanspruchung (speziell die hydromechanische Beanspruchung von tierischen Zellen) in turbulenten Strömungen haben, wird später gezeigt. So werden im Abschnitt: *„Ermittlung der Partikelbeanspruchung“* mithilfe der Gleichungen 2.15 und 2.19 und dem Ansatz $\Delta r = d_{P,max}$ die Modellierung der maximalen, stabilen Tropfen dargestellt.

2.2 Ermittlung der Partikelbeanspruchung

2.2.1 Begriffsdefinition

Indirekte Methoden

Die *Ermittlung von Turbulenzparametern* (w', k, ϵ) wird für diese Arbeit als ***indirekte Methode*** *zur Beurteilung der Partikelbeanspruchung* definiert. Die Turbulenzparameter können durch nichtinvasive Methoden z.B. der Laser Doppler Anemometrie (LDA) bzw. Laser Doppler Velocimetry (LDV) oder der Particle Image Velocimetry (PIV) sowie durch invasive Methoden z.B. Hitzedrahtanometer experimentell bestimmt werden. Weiter besteht die Möglichkeit, die Turbulenzparameter mithilfe der numerischen Fluiddynamik (CFD) zu ermitteln.

Direkte Methoden

Die Auswirkungen der mechanischen[4] und hydrodynamischen[5] Beanspruchungen auf dispergierte Partikel in der turbulenten Strömung wird als ***direkte Methode*** *zur Ermittlung der Partikelbeanspruchung* definiert. Dazu werden anhand der Zerstörung von Partikeln (Tropfen, Flocken, Kristalle) die Dispergiereigenschaften verschiedener Apparate und/oder Rührer(-einstellungen) integral erfasst.

Energiedissipation

An dieser Stelle muss hervorgehoben werden, dass die Partikelbeanspruchung mit der Energiedissipation ϵ modelliert bzw. korreliert werden kann (siehe u.a. Biedermann [7], Henzler [33], Liepe [52], Werner [89], Zhou [100]). Dies wird auch in einer Vielzahl von Populationsbilanzmodellen deutlich (Liao et al. [55]). Jedoch kann die Energiedissipation nicht die Ursache der Partikelbeanspruchung darstellen (siehe auch Horender [37]). Wie bereits oben diskutiert, wird als *Energiedissipation* die Umwandlung der Bewegungs- in Wärmeenergie verstanden. *Hierdurch wird deutlich, dass der Vorgang der* ***Energiedissipation*** *an sich nicht für die Partikelbeanspruchung relevant sein kann.* Dass die Korrelation der Partikelbeanspruchung mit der lokalen Energiedissipation trotzdem erfolgreich ist, lässt sich damit begründen, dass die lokale Energiedissipation proportional zur lokalen Bewegungsenergie (siehe Gleichung 2.15 und 2.19 $\rightarrow \epsilon \propto w'$) ist. *Dementsprechend sollte die Bewegungsenergie, das heißt die kinetische Energie der Strömung* ($\propto \rho \cdot w'^2$)*, als Ursache der Partikelbeanspruchung verstanden und interpretiert werden*[6].

[4] Kollisionen der Partikel *mit anderen Partikeln, mit dem Rührer bzw. mit weiteren Reaktoreinbauten*

[5] Beanspruchungen infolge der Fluidströmung (Turbulenz, Scherung, Dehnung, etc.)

[6] Siehe Shinnar [75] bzw. Reynoldschen Spannungsansatz: $\tau = \rho \cdot w'^2$ in Henzler [32]

2.2.2 Indirekte Methoden

Zeitgemittelte Untersuchungen

Die Ermittlung von Turbulenzparametern mithilfe von **LDA-Messungen** wurde u.a. von LAUFHÜTTE [50] (einphasig), GEISLER [25] (u.a. mit Feststoff) und WERNER [89] (u.a. mit nicht-newtonschen Fluiden) in Laborrührreaktoren an der TU-München durchgeführt. Weitere Untersuchungen sind von SCHÄFER [69], WU et al. [97] und ZHOU et al. [99] bekannt. Die Autoren bestimmten die lokalen, mittleren Geschwindigkeiten $\overline{w}_i$ sowie die turbulenten Schwankungsgeschwindigkeiten $w_i'(t)$, woraus die lokalen Energiedissipationen durch den Ansatz nach BATCHELOR [5] siehe Gleichung 2.17 berechnet wurden.

GEISLER [25] verwendete einen Reaktor mit $D = 0,19\ m$ sowie $V = 5,3\ L$ und bestimmte das Verhältnis der *maximalen* turbulenten Schwankungsgeschwindigkeit[7] zur Rührerumfangsgeschwindigkeit zu:

$$\frac{w'_{max}}{w_{tip}} = 0,18 \cdot Ne^{4/9}. \tag{2.21}$$

Die Rührerumfangsgeschwindigkeit w_{tip} wird wie folgt berechnet:

$$w_{tip} = \pi \cdot d \cdot N. \tag{2.22}$$

Die Kombination der Gleichungen 2.17 und 2.21 mit $\Lambda = 0,1 \cdot d$ führt zu nachstehender Beziehung für das Dissipationsverhältnis (GEISLER [25]):

$$\frac{\epsilon_{max}}{\bar{\epsilon}} = 0,84 \cdot Ne^{1/3} \cdot \left(\frac{D}{d}\right)^3 \cdot \left(\frac{H}{D}\right) \tag{2.23}$$

welches zur Abschätzung der maximalen Energiedissipation bzw. der Partikelbeanspruchung genutzt werden kann. Für die mittlere Energiedissipation $\bar{\epsilon}$ bzw. den mittleren Rührerleistungseintrag P/m gilt:

$$\bar{\epsilon} = \frac{P}{m} = \frac{P}{\rho \cdot V} = \frac{Ne \cdot N^3 \cdot d^5}{V} \propto N^3 \cdot d^2. \tag{2.24}$$

In der Abbildung 2.3 sind die isoenergetischen Linien für einphasige, turbulente Rührwerksströmungen dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Energie in einem Rührkessel sehr inhomogen eingetragen wird. So sind in der Nähe des Rührorgans $\epsilon_{lok} > 10 \cdot \bar{\epsilon}$ sowie in rührerfernen Gebieten $\epsilon_{lok} < 1 \cdot \bar{\epsilon}$ typisch für Rührwerksströmungen. Weiterhin ist der Abbildung 2.3 zu entnehmen, dass der 6-Blatt-Scheibenrührer im Vergleich zum Propellerrührer (Axialrührer) deutlich größere Werte für $\epsilon_{lok}/\bar{\epsilon}$ vorzuweisen hat. Dies führt

[7] Es sind die radialen und axialen turbulenten Schwankungsgeschwindigkeiten experimentell ermittelt worden.

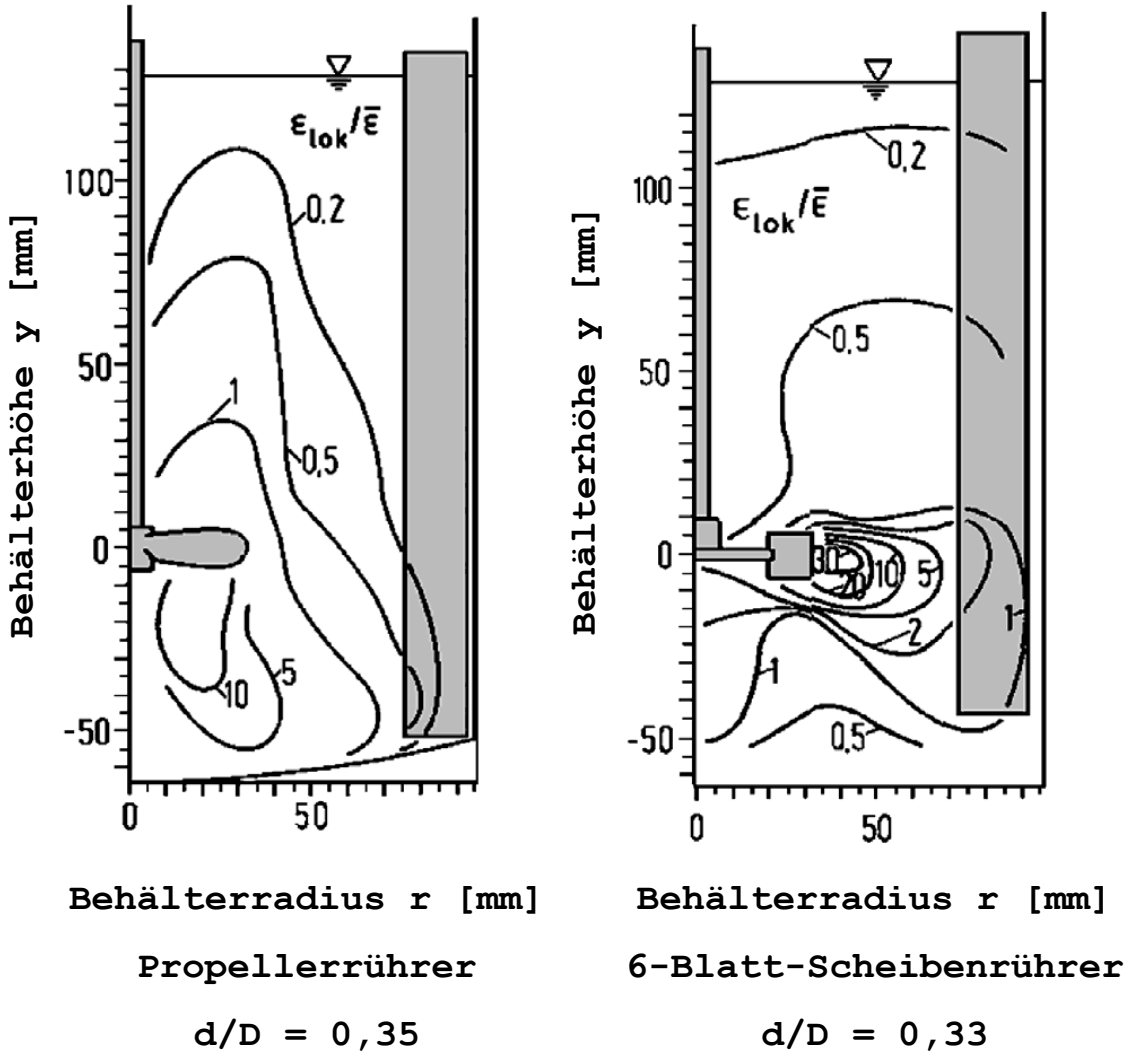


Abbildung 2.3: *Vergleich der isoenergetische Linien eines Axialrührers (links) und eines Radialrührers (rechts) nach* Geisler *[25] für* $Re > 10.000$

bei gleichem spezifischen Leistungseintrag ($\bar{\epsilon} = const.$) zu höheren lokalen Energiedissipationen beim 6-Blatt-Scheibenrührer. Demzufolge wird der 6-Blatt-Scheibenrührer von Geisler [25] als beanspruchungsintensiver eingestuft. *Folglich werden für schonend zu behandelnde Rührmedien Propellerrührer bzw. Schrägblattrührer empfohlen* (siehe Geisler [25] und Werner [89]).

Werner [89] führte die LDA-Untersuchungen in einem Behälter mit Flachboden und $D = 0,192\ m$ ($H/D = 1\ \rightarrow V = 5,6\ L$) sowie $D = 0,283\ m$ ($H/D = 1\ \rightarrow V = 17,7\ L$) durch. Auf den Arbeiten von Geisler [25] und Laufhütte [50] aufbauend, publizierte Werner [89] für die maximale turbulente Schwankungsgeschwindigkeit:

$$\frac{w'_{max}}{w_{tip}} = 0,18 \cdot Ne^{7/18}. \tag{2.25}$$

Tabelle 2.1: *Übersicht der normierten, maximalen Energiedissipation für verschiedene Rührorgane nach* Zhou *et al. [99], [100]*

Rührer	**Quelle**	d/D	Ne	$\frac{\epsilon_{max}}{N^3 \cdot d^2}$	$\frac{\epsilon_{max}}{\bar{\epsilon}}$
A310 (Fa. Lightnin)	[100]	0,55	0,3	0,9	14
A310 (Fa. Lightnin)	[99]	0,48	0,3	1,0	24
A310 (Fa. Lightnin)	[100]	0,35	0,3	0,9	55
4x45°-Schrägblattrührer	[100]	0,50	1,4	5,3	25
4x45°-Schrägblattrührer	[99]	**0,33**	**1,4**	**2,4**	**38**
4x45°-Schrägblattrührer	[100]	0,25	1,4	3,5	129
6-Blatt-Scheibenrührer	[100]	0,50	5,4	20,3	24
6-Blatt-Scheibenrührer	[99]	**0,33**	**5,7**	**12,1**	**48**
6-Blatt-Scheibenrührer	[100]	0,25	5,4	17,5	163
HE3 (Fa. Chemineer)	[100]	0,50	0,3	1,3	32
HE3 (Fa. Chemineer)	[99]	**0,33**	**0,3**	**1,3**	**95**
HE3 (Fa. Chemineer)	[100]	0,25	0,3	0,9	153

Weiter gilt demnach für das Dissipationsverhältnis:

$$\frac{\epsilon_{max}}{\bar{\epsilon}} = 1,69 \cdot \left(\frac{D}{d}\right)^2 \cdot \left(\frac{H}{d}\right). \tag{2.26}$$

Dabei entfällt Werner [89] zufolge die Abhängigkeit zur Newtonzahl, welche Geisler [25] noch abgeleitet hatte (vgl. mit Gleichung 2.23).

Zhou et al. [99] untersuchten die Fluidströmung verschiedener Rührorgane bezüglich der maximalen turbulenten Schwankungsgeschwindigkeit. Von diesen Arbeiten wird berichtet, dass mithilfe eines *1D-LDA* die *axialen Schwankungsgeschwindigkeiten* w'_{ax} ***zwei Millimeter*** *unterhalb der* Axialrührer[8] sowie die *radialen Schwankungsgeschwindigkeiten* w'_{rad} ***drei Millimeter*** *neben den Rührerblättern des 6-Blatt-Scheibenrührers* ermittelt worden sind. Die maximalen Energiedissipationen wurden schließlich anhand der Gleichung 2.17 mit $A = 1$ und $\Lambda = 0,1 \cdot d$ bestimmt. In der Tabelle 2.1 wird ersichtlich, dass der 6-Blatt-Scheibenrührer und der HE3-Rührer der Fa. Chemineer die höchsten Energiedissipationen erzeugen (vgl. $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon}$). Weiter verdeutlichen diese Resultate, dass mit steigendem Rührerdurchmesser die maximale Energiedissipation sinkt:

$$\frac{\epsilon_{max}}{\bar{\epsilon}} \propto \left(\frac{D}{d}\right)^{2,2...2,7}. \tag{2.27}$$

[8] 4x45°-Schrägblattrührer, A310 der Fa. Lightnin, HE3 der Fa. Chemineer

Baldi et al. [3] bestimmten ebenfalls die maximale Energiedissipation für einen 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,33$). Sie ermittelten die axialen und radialen turbulenten Schwankungsgeschwindigkeiten gleichzeitig anhand einer zweidimensionalen *Particle-Image-Velocimetry*-Messtechnik (kurz *2D-PIV*). Um dies zu realisieren waren ein kleiner Reaktor mit $D = 100\ mm$ und sehr hohe Rührerdrehfrequenzen von $N = 812 - 2165\ min^{-1}$ notwendig. Die maximale Energiedissipation wurde direkt aus dem Spannungstensor (siehe Gleichung 2.30) berechnet und zu $\epsilon_{max}/(N^3 \cdot d^2) = 10$ bzw. $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon} = 52$ (mit $Ne = 4,1$) quantifiziert. Besonders bemerkenswert ist, dass diese Messwerte mit denen von Zhou et al. [99], welche den Ansatz von Batchelor (Gleichung 2.17) verwendeten, vergleichbar sind (siehe Tabelle 2.1).

Huchet et al. [38] spezifizierten den Ausströmbereich eines 6-Blatt-Scheibenrührers[9] in einem 70 $L - Reaktor$ ($D = 0,45\ m$; $H/D = 1$) bezüglich der turbulenten Schwankungsgeschwindigkeiten. Durch Untersuchungen in drei (!) Messebenen konnten anhand der *2D-PIV*-Messungen alle drei Geschwindigkeitskomponenten (radial, axial und tangential) ermittelt werden. Bei einer konstanten Frequenz von 2.000 Hz ($\rightarrow$ zeitaufgelöste Messungen) wurden jeweils 6.000 Bilder für die Auswertungen verwendet. Huchet et al. [38] kommen zu dem Schluss, dass die maximale Energiedissipation in den Nachlaufwirbeln etwa dem *80fachen* der mittleren Rührerleistung entspricht: $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon} = 80$.

Drehwinkelaufgelöste Untersuchungen

Zusammengefasst basieren die Resultate von Laufhütte [50], Geisler [25], Werner [89], Zhou et al. [99], Baldi et al. [3] sowie Huchet et al. [38] auf ***zeitgemittelten Untersuchungen***. Somit wurde die Position des Rührers zum Stromstörer, d.h. der Rührerdrehwinkel, nicht berücksichtigt. In diesem Zusammenhang weisen **Gabriele et. al. [22]** darauf hin, dass ohne die Auflösung des Rührerdrehwinkels (siehe auch Gleichung 2.11 und 2.12) ein *Fehler von 100 Prozent* bei der Bestimmung der turbulenten Schwankungsgeschwindigkeiten möglich ist. Sie begründen diese Aussage durch den Vergleich umfangreicher ***drehwinkelaufgelöster 2D-PIV-Untersuchungen*** für einen abwärts- und aufwärtsfördernden 6x45°-Schrägblattrührer[10]. Der Versuchsaufbau ermöglichte eine Auflösung von $1,38\ mm$ pro Vektor (axial und radial), wodurch der *Trägheitsunterbereich* der Turbulenz aufgelöst werden konnte. Anhand von 500 Doppelaufnahmen, bei 15 Bildern pro Sekunde, wurden die mittleren Geschwindigkeiten $\overline{w}_\theta$ sowie die Effektivwerte der lokalen Schwankungsgeschwindigkeiten w' ermittelt. Weiterhin wurden die lokalen Energiedissipationen ϵ_{lok} über drei verschiedene Methoden berechnet:

[9] $d/D = 0,33$; $t/d = 0,02$; $Ne = 5,5$; $N = 50\ min^{-1}$
[10] $D = 150\ mm$; $d/D = 0,45$; $Ne = 1,55$; $N = 300\ min^{-1}$; $\bar{\epsilon} = 0,1\ W/kg$

Dimensional Analysis Die Berechnung nach dem vielfach verwendeten Ansatz von BATCHELOR [5] (*dimensional analysis* → *DA* - siehe auch Gleichung 2.17):

$$\epsilon_{lok,DA} = A \cdot \frac{k^{3/2}}{\Lambda} \propto \frac{w'^3}{\Lambda} \tag{2.28}$$

mit $A = 0,85$. Die turbulente spezifische kinetische Energie wurde unter der Annahme der isotropen Turbulenz nach Gleichung 2.10 berechnet. Der Makromaßstab der Turbulenz konnte experimentell ermittelt und analog der kinetischen Energie zu einer Größe zusammengefasst werden:

$$\Lambda = \left(\Lambda_x^2 + \Lambda_y^2 + \Lambda_x \Lambda_y\right)^{0,5}. \tag{2.29}$$

Direct Evaluation Weiter wurde eine direkte Berechnung der Energiedissipation aus dem Spannungstensor (*direct evaluation* → *DE*) verwendet. Unter der Annahme der isotropen Turbulenz wurde folgende *2D*-Gleichung publiziert (siehe Korrektur von GABRIELE et al. [23], vgl. auch mit BALDI et al. [3]):

$$\epsilon_{lok,DE} = \nu \cdot \left[\overline{2\left(\frac{\partial w_x'}{\partial x}\right)^2} + \overline{2\left(\frac{\partial w_y'}{\partial y}\right)^2} + \overline{3\left(\frac{\partial w_y'}{\partial x}\right)^2} + \overline{3\left(\frac{\partial w_x'}{\partial y}\right)^2} + \overline{2\left(\frac{\partial w_x'}{\partial y}\frac{\partial w_y'}{\partial x}\right)} \right]. \tag{2.30}$$

Smagorinsky Zusätzlich wurde die Bestimmung der lokalen Energiedissipation mithilfe der *Smagorinsky-Konstanten* $C_S = 0,11...0,21$, wobei für zwei bekannte Koordinaten (2D) gilt:

$$\epsilon_{lok,SGS} = (C_S \Delta)^2 \left[\overline{\left(4\frac{\partial w_x'}{\partial x}\right)^2} + \overline{\left(4\frac{\partial w_y'}{\partial y}\right)^2} + \overline{\left(2\frac{\partial w_x'}{\partial y}\right)^2} + \overline{\left(2\frac{\partial w_y'}{\partial x}\right)^2} \right]^{3/2} \tag{2.31}$$

betrachtet. Dieses Verfahren ist gleich dem der Filterung der Geschwindigkeitsgradienten bei einer *Large Eddy Simulation (LES)* (siehe u.a. numerische Simulationen von DELAFOSSE et al. [16]). **GABRIELE et al. [22]** konnten somit feststellen, dass der aufwärtsfördernde Rührer höhere lokale Energiedissipationen erzeugt: $\epsilon_{max,DA}/\bar{\epsilon} = 48$ zu 34. Weiterhin sind die Energiedissipationen, die mit dem Ansatz nach BATCHELOR [5] bzw. BRODKEY [8] (*dimensional analysis* → *DA*) ermittelt worden, signifikant größer als die Berechnung mit den *Smagorinsky-Konstanten*: $\epsilon_{max,DA}/\bar{\epsilon} = 48$ zu $\epsilon_{max,SGS}/\bar{\epsilon} = 19$ mit $C_S = 0,17$. Dagegen sind die Energiedissipationswerte aus der direkten Berechnung aus dem Spannungstensor (*direct evaluation* → *DE*) etwa 40 mal geringer als die Energiedissipationen nach dem Ansatz der *dimensional analysis* → *DA*. Dies kann auf die zu geringe Auflösung der kleinsten Wirbel zurückgeführt werden.

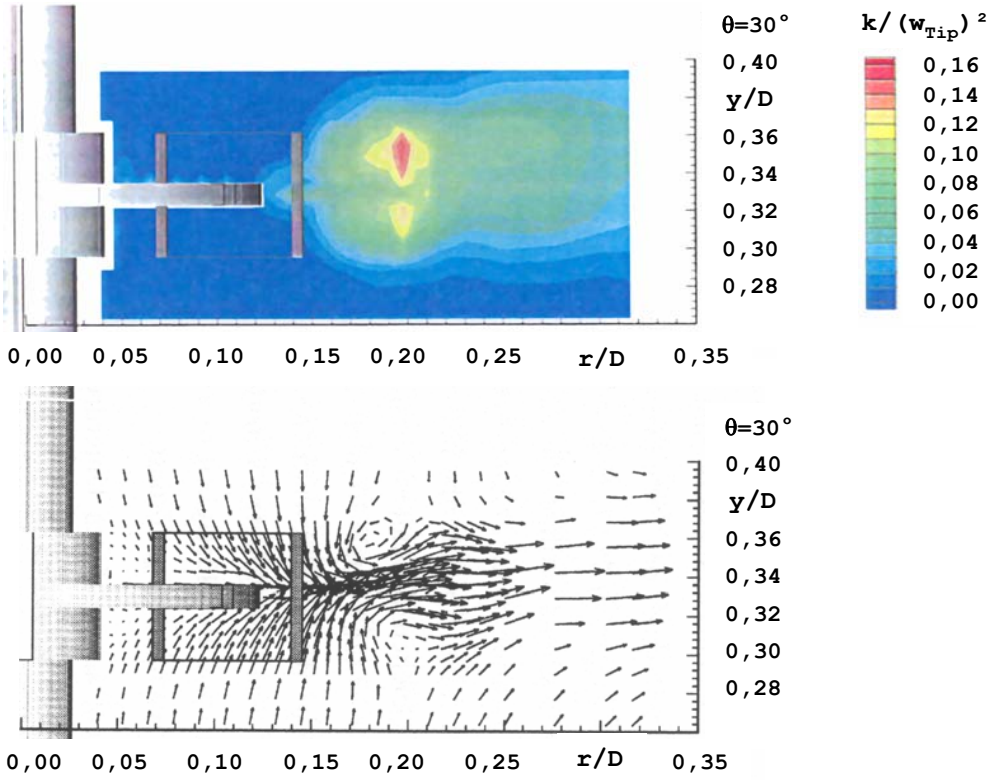


Abbildung 2.4: *Darstellung der normierten turbulenten kinetischen Energie k/w_{tip}^2 (oben) sowie der typischen Nachlaufwirbel eines 6-Blatt-Scheibenrührers (unten) nach* SCHÄFER *[69], drehwinkelaufgelöst*

SCHÄFER [69] ermittelte mithilfe der LDA-Messtechnik ebenfalls drehwinkelaufgelöste Geschwindigkeiten. Dazu verwendete er einen optisch zugänglichen Laborreaktor mit $D = 0,15\ m$ sowie einen Axialrührer (4x45°-Schrägblattrührer mit $Ne = 1,44$) und einen Radialrührer (6-Blatt-Scheibenrührer mit $Ne = 4,48$). Der Rührerdurchmesser betrug jeweils $d = 50\ mm$ ($d/D = 0,33$). Durch die Auflösung des Rührerdrehwinkels θ war SCHÄFER [69] in der Lage die Beanspruchungen im Nachlauf[11] eines Rührerblattes zu untersuchen (siehe Abbildung 2.4). Demzufolge kann mittels der Abbildung 2.4 erkannt werden, dass auch noch 30 Grad hinter einem Rührerblatt die Turbulenz sehr hoch ist: $k/w_{tip}^2 \approx 0,16$. Dies entspricht 86 Prozent des Maximalwertes von $k_{max}/w_{tip}^2 = 0,186$ für den 6-Blatt-Scheibenrührer. Für den 4x45°-Schrägblattrührer wurde folgender normierter Maximalwert für die turbulente kinetische Energie[12] übermittelt: $k_{max}/w_{tip}^2 = 0,079$. Im

[11] Die beiden charakteristischen Nachlaufwirbel können mithilfe der mittleren Geschwindigkeiten abgebildet werden (siehe Abbildung 2.4 unten).

[12] Es sind für beide Rührorgane alle drei turbulenten Schwankungsgeschwindigkeiten ($w_{ax}^{'}, w_{rad}^{'}, w_{tan}^{'}$) bei $N = 2.672\ min^{-1}$ gemessen wurden. Hierdurch war eine Berechnung der turbulenten kinetischen Energie mit der Gleichung 2.6 möglich.

Vergleich dazu ermittelten GABRIELE et al. [22] für einen 6x45°-Schrägblattrührer und größerem $d/D = 0,45$: $k_{max}/w_{tip}^2 = 0,06$. Zusammengefasst bedeutet dies, dass der 6-Blatt-Scheibenrührer bei gleichem w_{tip} die höheren Beanspruchungen und letztlich die kleineren Tropfen produzieren müsste. Wird das Verhältnis der maximalen zur mittleren Energiedissipation mithilfe der Gleichung 2.28 mit $A = 1$ und $\Lambda = 0,1 \cdot d$ sowie der Gleichungen 2.22 und 2.24 berechnet ($H/D = 1$):

$$\frac{\epsilon_{max}}{\bar{\epsilon}} = \frac{\left(2/3 \cdot k_{max}/w_{tip}^2\right)^{3/2}}{\Lambda} \cdot \frac{\pi^4}{4 \cdot Ne} \cdot \left(\frac{D}{d}\right)^2 \cdot D \tag{2.32}$$

ergeben sich für den **6-Blatt-Scheibenrührer** $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon} = 67$. Für den **4x45°- Schrägblattrührer** kann $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon} = 57$ berechnet werden. Folglich ist bei gleichem Leistungseintrag ($\bar{\epsilon} = const.$) die resultierende Partikelbeanspruchung vergleichbar. SCHÄFER [69] bestimmte jedoch auch die Größe der Makrowirbel Λ experimentell, wodurch er die Strömung in eine *rührernahe* sowie eine *Großraumströmung* unterteilte. In der Großraumströmung wurde jeweils $\Lambda_1 \approx 0,33 \cdot D = 50\ mm$ und in der rührernahen Strömung $\Lambda_2 = 2,21\ mm$ für den 6-Blatt-Scheibenrührer bzw. $\Lambda_2 = 4,02\ mm$ für den 4x45°-Schrägblattrührer ermittelt. Das heißt, dass statt der üblichen Größe des Makrowirbels von 10 Prozent des Rührerdurchmessers ($\Lambda = 0,1 \cdot d$) nun deutlich kleinere Werte $\Lambda_2 = 0,0442 \cdot d$ bzw. $\Lambda_2 = 0,08 \cdot d$ genutzt worden sind. Dies resultiert auch in signifikant höhere Energiedissipationsverhältnisse:

- $\frac{\epsilon_{max}}{\bar{\epsilon}} = 145$ für den 6-Blatt-Scheibenrührer
- $\frac{\epsilon_{max}}{\bar{\epsilon}} = 69$ für den 4x45°-Schrägblattrührer

Unter diesen Umständen produziert bei gleicher Rührerleistung ($\rightarrow\ \bar{\epsilon} = const.$) der 6-Blatt-Scheibenrührer etwa die doppelte Beanspruchung, bezogen auf ϵ_{max}, als der 4x45°-Schrägblattrührer.

Beanspruchung in unmittelbarer Rührernähe

An dieser Stelle sei jedoch angemerkt, dass die Interpretation der bisher vorgestellten Messergebnisse im Bezug auf die Partikelbeanspruchung respektive der zu erwartenden Partikelgrößenverteilung kritisch zu betrachten ist. Der Rührernahbereich ist messtechnisch schwer zu erfassen, so wurden z.B. von ZHOU et al. [99] die Daten 2 bzw. 3 mm vom Rührer entfernt bestimmt. Jedoch werden die maximalen Beanspruchungen in unmittelbarer Umgebung des Rührers erwartet. Folglich ist eine exakte Positionierung des Lasers in Relation zur Rührerposition notwendig. Problematisch erweist sich auch der Rührerlauf (gebogene oder *schlackernde* Rührerwellen), welcher sich negativ auf die Messgenauigkeit

Tabelle 2.2: *Schergradienten im Ausströmbereich ($\dot{\gamma}_{outlet}$) und an den Blattkanten ($\dot{\gamma}_{tip}$) nach* Wu et al. [97] ($D = 0,39\ m;\ d/D = 0,41;\ P = 3,6\ W$)

Rührer	Ne [-]	N $[min^{-1}]$	$\dot{\gamma}_{outlet}$ $[s^{-1}]$	$\dot{\gamma}_{tip}$ $[s^{-1}]$
4x20°-Schrägblattrührer	0,27	300	15,1	23.371
A310 der Fa. Lightnin	0,32	284	18,5	20.869
2x30°-Schrägblattrührer	0,49	253	14,5	16.626
4x30°-Schrägblattrührer	0,56	235	16,2	14.371
4x45°-Schrägblattrührer	1,22	181	16,1	8.551

auswirkt. Somit werden die Messungen direkt auf den Rührerblattspitzen erschwert oder gar unmöglich. In diesem Zusammenhang teilen **Wu et al. [97]** mit, dass die Beanspruchung direkt auf den Rührersspitzen im Vergleich zum Ausströmbereich, welcher in den Arbeiten u.a. von Baldi et al. [3], Gabriele et al. [22], Geisler [25], Huchet et al. [38], Schäfer [69] und Werner [89] thematisiert wurde, um Größenordnungen höher ist. So bestimmten Wu et al. [97] die Schergradienten im Ausströmbereich $\dot{\gamma}_{outlet}$ experimentell und die Schergradienten an der Rührerblattspitze $\dot{\gamma}_{tip}$ auf der Grundlage der *Grenzschicht-Theorie* nach Schlichting [70], [71]. Demnach gilt näherungsweise:

$$\dot{\gamma}_{tip} \propto \frac{w_{tip}^2}{2 \cdot \nu}. \tag{2.33}$$

Für einen spezifischen Rührerleistungseintrag von $P/V \approx 80\ W/m^3$ wurde für einen 4-blättrigen Schrägblattrührer mit einem Anstellwinkel von $\alpha = 20°$ im Ausströmbereich ein Schergradient von $\dot{\gamma}_{outlet} = 15,1\ s^{-1}$ und an den Rührerblattkanten ein Schergradient von $\dot{\gamma}_{tip} = 23.371\ s^{-1}$ ermittelt.

> *Somit sind die Schergradienten an den Rührerblattkanten um das **1.500-fache** höher als im messtechnisch zugänglichen Ausströmbereich der Rührer.*

Die Tabelle 2.2 zeigt zudem, dass mit steigender Newtonzahl die Schergradienten an den Rührerblattspitzen abnehmen. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Rührer mit größeren Newtonzahlen geringere Rührerumfangsgeschwindigkeiten für den gleichen Leistungseintrag benötigen (vgl. Drehfrequenzen in der Tabelle 2.2 sowie die Gleichung 2.33). Folglich führen mehr Rührerblätter und/oder steilere Anstellwinkel zu höheren Newtonzahlen und geringeren Drehfrequenzen. Die führt letztlich zu kleineren *Schergradienten* an den Rührerspitzen. **Infolge dieser Kenntnisse sind die *direkten Methoden* zur Beurteilung der Partikelbeanspruchung in turbulenten Strömungen zu bevorzugen.**

2.2.3 Direkte Methoden

Bei der *direkten Methode* werden die Partikelgrößenverteilungen bzw. deren charakteristischen Werte (Median, Mittelwert, Sauterdurchmesser) zur Bewertung der beanspruchungsintensiven Leistungen verwendet. Dementsprechend wird die *Zerstörung* von Tropfen oder Flocken bzw. Kristallen auf die lokale Beanspruchung zurückgeführt.

Flüssig-flüssig-Dispergieren - Theoretische Grundlagen

Unter dem *Dispergieren* wird das Ver- bzw. Zerteilen einer dispersen Phase (Indizes: d) in der kontinuierlichen Phase (Indizes: c) verstanden. Dabei sind die beiden Phasen ineinander nicht mischbar. Es wird zwischen *Öl-in-Wasser-* und *Wasser-in-Öl-Dispersionen* unterschieden. Weiter sind komplexere Varianten (→ multiple Tropfen) wie zum Beispiel *Wasser-in-Öl-in-Wasser-Dispersionen* bekannt, die jedoch an dieser Stelle nicht thematisiert werden. Für die praktische Anwendung ist die sich einstellende Phasengrenzfläche A_d aufgrund der proportionalen Abhängigkeit zum erwünschten Stoffübergang respektive Molstrom von Interesse (mit D_i - Diffusionskoeffizient siehe Hertwig & Martens [34]):

$$\dot{n} = D_i \cdot A_d \cdot \frac{dc_i}{dx}. \tag{2.34}$$

Die Summe aller Tropfenoberflächen ist gleich der Phasengrenzfläche A_d, wobei für kugelförmige Tropfen gilt:

$$A_d = \sum \pi \cdot d_P^2. \tag{2.35}$$

Die Phasengrenzfläche A_d und das in der Regel bekannte Dispersvolumen V_d sind durch den ***Sauterdurchmesser***:

$$d_{32} = \frac{\sum d_P^3}{\sum d_P^2} = 6 \cdot \frac{V_d}{A_d} \tag{2.36}$$

miteinander verbunden. Demnach beschreibt der Sauterdurchmesser das Verhältnis des gesamten Volumens aller Tropfen, d.h. das Volumen der dispersen Phase:

$$V_d = \phi_d \cdot V_{ges} = \phi_d \cdot (V_d + V_c) \tag{2.37}$$

zu der entsprechenden Phasengrenzfläche A_d. Weiter besteht ein direkter Zusammenhang zwischen dem Sauterdurchmesser d_{32} und dem größten vorhandenen Tropfen $d_{P,max}$ (siehe u.a. Shinnar [75], Sprow [76], Stamatoudis et. al [77], [78], [79], Wichterle [90] sowie eine Übersicht in den Arbeiten von Zhou et al. [100]). Demnach wird deutlich, dass der Sauterdurchmesser etwa 30 bis 60 Prozent kleiner als der maximale Tropfendurchmesser ist. Daraus folgt:

Tabelle 2.3: *Reaktionsvolumen ($H/D = 1$) in Abhängigkeit von der Bodenform (Bodenfaktor K_B) und des Reaktordurchmessers D*

Bodenform	K_B	$D = 0,1\ m$	$D = 0,4\ m$	$D = 1\ m$
Flachboden	0	$0,8\ L$	$50,3\ L$	$785,4\ L$
Klöpperboden	0,064	$0,7\ L$	$47,0\ L$	$735,1\ L$
Korbbogenboden	0,080	$0,7\ L$	$46,2\ L$	$722,6\ L$
Halbkugelboden	0,167	$0,7\ L$	$41,9\ L$	$654,2\ L$

$$d_{32} = (0,4...0,7) \cdot d_{P,max}. \tag{2.38}$$

Das Reaktionsvolumen V_{ges}, welches u.a. zur Bestimmung des Dispersvolumens benötigt wird (siehe Gleichung 2.37), lässt sich für zylindrische Reaktoren wie folgt berechnen (Liepe et al. [52], [53]):

$$V_{ges} = \frac{\pi}{4} \cdot D^3 \cdot \left(\frac{H}{D} - K_B \right). \tag{2.39}$$

Darin beschreibt der Bodenfaktor K_B eine Volumenreduzierung bei Bodenformen, die vom Flachboden abweichen (siehe Tabelle 2.3)[13]. Da das Reaktionsvolumen V_{ges} sowie der Phasenanteil der dispersen Phase ϕ_d in der Regel durch den Prozess definiert sind, wird deutlich, dass aus verfahrenstechnischer Sicht *nur* die Phasengrenzfläche A_d respektive der Sauterdurchmesser d_{32} gezielt beeinflusst werden kann:

$$A_d \propto \frac{\phi_d \cdot V_{ges}}{d_{32}}. \tag{2.40}$$

Letztlich wird der Molstrom $\dot{n}$ entsprechend der Phasengrenzfläche A_d vergrößert, indem durch hohe (lokale) Beanspruchungen kleine Tropfen erzeugt werden:

$$\dot{n} \propto \frac{1}{d_{32}}. \tag{2.41}$$

Schlussfolgernd besteht die Modellierungsaufgabe beim Flüssig/ flüssig-Dispergieren darin, mithilfe der Betriebsbedingungen (Reaktorabmessungen, Rührertyp, -anordnung, -drehfrequenz, Bewehrung etc.) die sich einstellende Phasengrenzfläche A_d bzw. den Sauterdurchmesser d_{32} gezielt zu berechnen.

[13] Die Tabelle 2.3 verdeutlicht auch, dass die Angabe der Bodenform bezüglich der prozesscharakterisierenden, spezifischen Leistung $\bar{\epsilon}$ (Gleichung 2.24) enorm wichtig ist. So ist bei gleicher Drehfrequenz die spezifische Rührerleistung $\bar{\epsilon}$ in einem Reaktor mit Halbkugelboden im Vergleich zum Reaktor mit Flachboden um fast 20 Prozent höher.

Turbulenzstabilisierte Dispersion Das Beanspruchungsmodell von SHINNAR [75] (*turbulenzstabilisierte Dispersion*) kann zur Modellierung der Tropfengrößen in gerührten Reaktoren verwendet werden. Durch eine Bilanzierung der relevanten Größen um einen Tropfen konnten allgemeingültige Zusammenhänge zwischen der Tropfengröße und der eingetragenen Rührerleistung hergeleitet werden. Da für die Partikelbeanspruchung der Tropfenaufbruch also das Zerteilen eines Tropfens entscheidend ist, wird im Nachfolgenden die Modellierung des Tropfenaufbruchs genauer betrachtet.

Grundsätzlich werden die Tröpfchen durch ihre Oberflächenenergie E_σ *„zusammengehalten“* und durch die Bewegungsenergie E_{kin} der kontinuierlichen Phase beansprucht. Die Idee von SHINNAR [75] war, dass wenn die kinetische Energie der Strömung größer als die Oberflächenenergie des Tropfens ist:

$$\frac{E_{kin}}{E_\sigma} > 1, \tag{2.42}$$

der Tropfen aufgebrochen wird. Ist dagegen die Oberflächenenergie des Tropfens gleich bzw. größer der angreifenden Bewegungsenergie:

$$\frac{E_{kin}}{E_\sigma} \leq 1 \tag{2.43}$$

ist der Tropfen stabil und wird *nicht* aufgebrochen. Anhand dieser Überlegungen ist es möglich, die größten Tropfen $d_{P,max}$ im Rührreaktor in Abhängigkeit der eingetragenen Rührerleistung bzw. der Rührerdrehfrequenz zu modellieren. Die Oberflächenenergie eines Tropfen kann mithilfe der Ober- (σ) bzw. Grenzflächenspannungen (γ) zwischen der kontinuierlichen und der dispersen Phase ermittelt werden. Dazu wird die Ober- bzw. Grenzflächenspannung als eine *Energie pro (Tropfenober-) Fläche* aufgefasst:

$$\gamma \left[\frac{N}{m} = \frac{Nm}{m^2} = \frac{J}{m^2} \right]. \tag{2.44}$$

In der Folge kann unter der Voraussetzung kugelförmiger Tropfen ein Zusammenhang zwischen der Oberflächenenergie eines Tropfens und dessen Durchmesser festgestellt werden:

$$E_\sigma = \gamma \cdot A_P = \gamma \cdot \pi \cdot d_P^2. \tag{2.45}$$

Die tropfenbeanspruchende Bewegungsenergie der kontinuierlichen Phase kann unter der Bedingung der vollausgebildeten Turbulenz mit der turbulenten spezifischen kinetischen Energie (siehe Gleichung 2.6) gleichgesetzt werden. Daraus resultiert für die spezifische Energie:

$$\frac{E_{kin}}{V} = \rho_c \cdot k = \frac{3}{2} \cdot \rho_c \cdot w'^2. \tag{2.46}$$

Weiter muss die Partikel- bzw. Tropfengröße d_P ähnlich der Wirbelgröße Δr sein. Bei zu hohen Größenunterschieden zwischen den Partikeln und der Wirbel würden die Partikel zum einen den Wirbelbewegungen konvektiv folgen ($d_P << \Delta r$) und zum anderen durch die zu geringe Energie der Wirbel nicht beansprucht werden ($d_P >> \Delta r$). Zudem wird voraussgesetzt, dass die Bewegungsenergie der kontinuierlichen Phase im Tropfenvolumen relevant ist, folglich gilt:

$$E_{kin} = \frac{\pi}{4} \cdot \rho_c \cdot w'^2 \cdot d_P^3. \tag{2.47}$$

Für den größten noch vorhandenen Tropfen $d_{P,max}$ in der turbulenten Strömung gilt:

$$\frac{E_{kin}}{E_\sigma} = 1 = \frac{\rho_c \cdot w'^2}{4 \cdot \gamma} \cdot d_{P,max}. \tag{2.48}$$

Dieser Zusammenhang wird auch als turbulente WEBERzahl: $We_{turb} = \frac{\rho_c \cdot w'^2}{4 \cdot \gamma} \cdot d_{P,max}$ bezeichnet (KARBSTEIN [43]). Die Kombination mit dem REYNOLDschen Spannungsansatz (siehe HENZLER [32], [33]) führt zu:

$$\tau = \rho_C \cdot w'^2 = \frac{4 \cdot \gamma}{d_{P,max}}. \tag{2.49}$$

Wird die turbulente Schwankungsgeschwindigkeit durch die Gleichungen 2.15 ($\rightarrow$ *Trägheitsunterbereich*) und 2.19 ($\rightarrow$ *Dissipationsbereich*) mit $\Delta r = d_{P,max} \propto d_{32}$ ersetzt, ergeben sich folgende Beziehungen:

$$d_{P,max} = 0,64 \cdot \left(\frac{\gamma}{\rho_C}\right)^{3/5} \cdot \epsilon^{-2/5} \tag{2.50}$$

für den *Trägheitsunterbereich* bzw.

$$d_{P,max} = 3,91 \cdot \left(\frac{\nu_C \cdot \gamma}{\rho_C}\right)^{1/3} \cdot \epsilon^{-1/3} \tag{2.51}$$

für den *Dissipationsbereich*. Die lokale Energiedissipation ϵ_{lok} ist nicht bekannt, kann jedoch durch die mittlere Energiedissipation $\bar{\epsilon}$:

$$\epsilon_{lok} \propto \bar{\epsilon} = \frac{Ne \cdot N^3 \cdot d^5}{V} \tag{2.52}$$

beschrieben werden (siehe auch GEISLER [25] bzw. Abbildung 2.3). Durch die in der Rührtechnik gebräuchliche WEBERzahl:

$$We = \frac{\rho_c \cdot N^2 \cdot d^3}{\gamma} \tag{2.53}$$

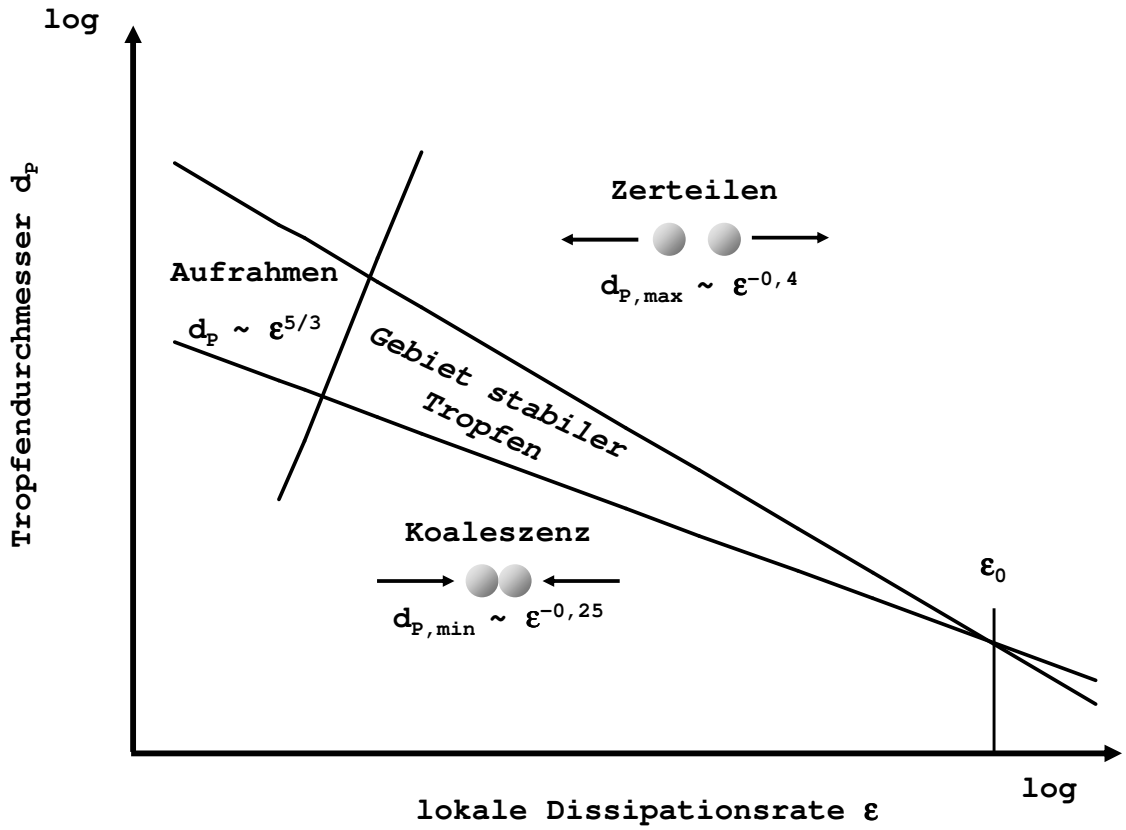


Abbildung 2.5: *Turbulenzstabilisierte Dispersion nach* SHINNAR *[75] mit dem Tropfenaufbruchverhalten (Zerteilen) für den Trägheitsunterbereich nach Gleichung 2.54*

sowie der Rührerumfangsgeschwindigkeit w_{Tip} (siehe Gleichung 2.22) kann für den *Trägheitsunterbereich* ($d_P > 25 \cdot \lambda$) der allgemeine Zusammenhang:

$$d_{P,max} \propto d_{32} \propto \bar{\epsilon}^{-2/5} \propto w_{tip}^{-6/5} \propto We^{-3/5} \tag{2.54}$$

definiert werden. Dementsprechend gilt für die Partikelbeanspruchung bei hohen Dissipationswerten ($\rightarrow$ Beanspruchung im *Dissipationsbereich* mit $d_P < 6 \cdot \lambda$):

$$d_{P,max} \propto d_{32} \propto \bar{\epsilon}^{-1/3} \propto w_{tip}^{-1} \propto We^{-1/2}. \tag{2.55}$$

Diese Beziehungen können weiterhin vereinfacht werden, indem für den Exponenten b der entsprechende Wert ($b = 1/3$ für den *Dissipationsbereich* bzw. $b = 2/5$ für den *Trägheitsunterbereich*) eingesetzt wird:

$$d_{P,max} \propto d_{32} \propto \bar{\epsilon}^{-b} \propto w_{tip}^{-3b} \propto We^{-1,5b}. \tag{2.56}$$

In der Abbildung 2.5 sind die Abhängigkeiten einer turbulenzstabilisierten Dispersi-

on schematisch dargestellt. Der Tropfenaufbruch wird beispielhaft durch die hergeleitete Gleichung 2.54 für den *Trägheitsunterbereich* gezeigt. Der minimale Tropfendurchmesser wird durch die Tropfenkoaleszenz dominiert. Die Beziehung $d_P \propto \epsilon^{5/3}$ beschreibt das Eindispergierverhalten, d.h. dass die eingetragene Energie für diesen Fall zu gering ist, um die Tropfen am Aufsteigen zu hindern. Durch die unterschiedlichen Steigungen ($\epsilon^{-0,4} \rightarrow$ Tropfenaufbruch bzw. $\epsilon^{-0,25} \rightarrow$ Tropfenkoaleszenz) ergibt sich bei ϵ_0 ein Schnittpunkt, ab welchem die Tropfengrößenverteilungen *theoretisch* monodispers sind. Zusammengefasst kann die Tropfengrößenverteilung bei einer turbulenzstabilisierten Dispersion durch ein Dreieck, dem Gebiet der stabilen Tropfen, beschrieben werden. Durch das sich einstellende Gleichgewicht zwischen dem *Tropfenaufbruch* ($d_{P,max}$) und der *Tropfenkoaleszenz* ($d_{P,min}$) ergibt sich eine stationäre Tropfengrößenverteilung.

Flüssig-flüssig-Dispergieren - Experimentelle Untersuchungen

Liepe et al. [52] führten Untersuchungen mit einer Öl-in-Wasser-Emulsion[14] in einem Reaktor mit $D = 0,4\ m$ und $H/D = 1$ durch. In Anlehnung an die Gleichung 2.17 und mithilfe der Rührerumfangsgeschwindigkeit w_{Tip} statt w' wurde die maximale Energiedissipation mithilfe des *Dissipationsbeiwertes* c_D:

$$\epsilon_{max} = c_D \cdot \frac{w_{tip}^3}{d} \tag{2.57}$$

modelliert. Als Grundlage für den Dissipationsbeiwert c_D dienten die Turbulenzmessungen von Möckel [60], woraus $c_D = 0,5$ für einen 6-Blatt-Scheibenrührer bestimmt wurde. Platzer [53] bestätigte diesen Wert rechnerisch. Die weiteren Dissipationsbeiwerte, die in der Tabelle 2.4 dargestellt sind, wurden durch die Auswertung von experimentell bestimmten Tropfengrößenverteilungen ermittelt. Das Dissipationsverhältnis $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon}$ dient zur Beurteilung der Partikelbeanspruchung bei gleichem spezifischen Leistungseintrag $\bar{\epsilon} = P/(\rho \cdot V)$. Somit kann das Dissipationsverhältnis mithilfe der Gleichungen 2.24, 2.39 und 2.57 wie folgt zusammengefasst werden:

$$\frac{\epsilon_{max}}{\bar{\epsilon}} = \frac{\pi^4}{4} \cdot \frac{c_D}{Ne} \cdot \left(\frac{D}{d}\right)^3 \cdot \left(\frac{H}{D} - K_B\right). \tag{2.58}$$

Der Tabelle 2.4 und der Gleichung 2.58 ist zu entnehmen, dass anhand der Untersuchungen von Liepe [52] große Rührerdurchmesser und hohe Newtonzahlen zu kleinen Dissipationsverhältnissen führen. Folglich ist ein 6-Blatt-Scheibenrührer mit $d/D = 0,4$ für empfindliche Rührmedien den anderen Rührorganen der Tabelle 2.4 zu bevorzugen.

[14] destilliertes Wasser, Vakuumpumpenöl mit $\eta(20°C) = 30\ mPas$, $\gamma = 0,011\ N/m$, $\phi_d = 1\ \%$, Tensid *Prowozell* mit $c_T = 50\ ppm$

Tabelle 2.4: *Dissipationsbeiwerte c_D nach* LIEPE *[52] inklusive normierten, maximalen Energiedissiaption*

Rührer	d/D [-]	Ne [-]	c_D [-]	$\frac{c_D}{Ne}$ [-]	$\frac{\epsilon_{max}}{\bar{\epsilon}}$ [-]	$\frac{\epsilon_{max}}{N^3 \cdot d^2}$ [-]
6-Blatt-Scheibenrührer	0,40	4,30	0,45	0,105	37	14,0
6x45°-Schrägblattrührer	0,40	1,50	0,20	0,133	47	6,2
3x24°-Schrägblattrührer	0,40	0,30	0,08	0,267	95	2,5
Propellerrührer	0,40	0,30	0,08	0,267	95	2,5
6x45°-Schrägblattrührer	0,25	1,70	0,17	0,100	146	5,3
6-Blatt-Scheibenrührer	0,25	4,80	0,50	0,104	152	15,5
Propellerrührer	0,25	0,35	0,08	0,229	333	2,5
3x24°-Schrägblattrührer	0,25	0,36	0,10	0,278	405	3,1

RITTER [65], [66] entwickelte eine Inline-Messtechnik[15], anhand derer die Tropfengrößenverteilungen direkt im Rührreaktor auch bei hohen Dispersphasenanteilen (bis $\phi_d = 0,5$) gemessen werden können (siehe Abbildung 4.8). So konnte RITTER [66] feststellen, dass in koaleszierenden Flüssig/flüssig-Systemen die Änderung der Tropfengrößen von der Koaleszenzneigung abhängig ist. So ist der Exponent ($d_{32} \propto \bar{\epsilon}^{-b}$) für das Toluol-Wasser-Gemisch $b = 0,15$ und für das Tetralin-Wasser-Gemisch $b = 0,3$. Es zeigte sich auch ein Einfluss des Phasenanteils ϕ_d auf den Exponenten. Demnach ist bei niedrigen Leistungseinträgen ($P/V < 300\ W/m^3$) und $\phi_d = 0,01$ mit dem Toluol-Wasser-Gemisch ein Exponent von $b = 0,35$ ($\rightarrow$ Beanspruchung im *Trägheitsunterbereich*) und bei $\phi_d = 0,2$ nur noch $b = 0,13$ festgestellt worden. Dies kann damit begründet werden, dass die Tropfen in der rührernahen Strömung aufgebrochen werden und in den restlichen Bereichen wieder koaleszieren. Die Koaleszenzwahrscheinlichkeit steigt mit dem Dispersphasenanteil und demnach sinkt der Einfluss der Rührerleistung, d.h. b wird kleiner. Bezüglich der *Tropfenbeanspruchung durch unterschiedliche Rührer* wurde gezeigt, dass im zerteilungsdominanten Bereich durch einen Propellerrührer im Vergleich zu einem 6-Blatt-Scheibenrührer ein höherer Feinsttropfenanteil erzeugt wird. Folglich wurden großflächige Rührer mit hohen NEWTONzahlen empfohlen um Feinsttropfen zu vermeiden. Damit wurde von RITTER [66] die Aussagen von LIEPE et al. [52], *dass bei gleichem Leistungseintrag ein Radialrührer schonender als ein Axialrührer ist*, bestätigt.

RITTER [66] führte auch Versuche zur ***Maßstabsübertragung*** ($D = 0,19\ m$; $D =$

[15] Diese leistungsstarke Inline-Messtechnik ist auch bei den hier vorgestellten Arbeiten zum Einsatz gekommen. Zudem zeigt ANGST [1] mit seinen Untersuchungen, dass diese Messtechnik auch für Fest/flüssig-Systeme eingesetzt werden kann.

Tabelle 2.5: *Sauterdurchmesser d_{32} für verschiedene Rührorgane ($d/D = 0,31$) bei zwei unterschiedlichen Leistungseinträgen (*WILLE *[91])*

Rührer	$19,8\ W/m^3$	$34,0\ W/m^3$
6-Blatt-Scheibenrührer	$293\ \mu m$	$251\ \mu m$
6x45°-Schrägblattrührer	$291\ \mu m$	$267\ \mu m$
3-Blatt Propellerrührer	$239\ \mu m$	$199\ \mu m$
3x24°-Schrägblattrührer	$214\ \mu m$	$188\ \mu m$

$0,3\ m$, $D = 0,4\ m$) durch. Dabei stellte sich heraus, dass vergleichbare Tropfengrößenverteilungen bei gleicher Rührerumfangsgeschwindigkeit $w_{tip} = const.$ erzeugt werden. Wird dagegen die spezifische Rührerleistung konstant gehalten: $\bar{\epsilon} = const.$, reduziert sich der Sauterdurchmesser mit der Zunahme des Reaktordurchmessers wesentlich.

BALDYGA et al. [4] thematisieren u.a. ebenfalls die *Maßstabsübertragung* ($D = 0,15\ m$ und $D = 0,3\ m$) in turbulent gerührten Flüssig/flüssig-Systemen. Dabei sind die Tropfengrößenverteilungen[16], welche mit einem 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,5$) erzeugt wurden, bezüglich des Sauterdurchmessers d_{32} ausgewertet worden. Es wird gezeigt, dass die normierten Sauterdurchmesser d_{32}/d mit der Rührer-WEBERzahl We korrelieren: $d_{32}/d \propto We^{-0,57}$ für die Resultate im kleinen Reaktor ($D = 0,15\ m$) sowie $d_{32}/d \propto We^{-0,79}$ für die Resultate im größeren Maßstab ($D = 0,3\ m$). Das bedeutet, dass BALDYGA et al. [4] hinsichlich gleicher Partikelbeanspruchung für eine geometrisch ähnliche Maßstabsübertragung folgenden Zusammenhang vorschlagen:

$$d_{32} \propto We^{-0,6} \cdot d \propto N^{-1,2} \cdot d^{-0,8}. \tag{2.59}$$

Dies ist gleichzusetzen mit einer konstanten Rührerleistung $\rightarrow\ \bar{\epsilon} = const.$:

$$d_{32} \propto \bar{\epsilon}^{-0,4} \propto N^{-1,2} \cdot d^{-0,8}. \tag{2.60}$$

WILLE [91], [92], [93] verwendete die *Phasen-Doppler-Anemometrie (PDA)*, um Tropfengrößenverteilungen berührungsfrei in einem Laborreaktor ($D = 0,134\ m$) zu bestimmen. Das Flüssig/ flüssig-Modellstoffsystem bestand aus einem Silikonöl als disperse Phase mit $\rho_d = 1060\ kg/m^3$, $\eta_d = 0,4\ Pa \cdot s$ und vollentsalztem Wasser. Zusätzlich sind die Tropfen durch ein Tensid gegen Koalezenz stabilisiert worden ($\rightarrow\ \gamma = 4\ mN/m$). Der Messaufbau erlaubte einen Dispersphasenanteil von lediglich $0,026$ Prozent. Anhand der Tabelle 2.5 ist zu erkennen, dass die 3-blättrigen Rührer die kleinsten Sauterdurchmesser und demnach die höchsten Beanspruchungen erzeugen. Dieses Ergebnis deckt sich

[16] *Chlorbenzol-Wasser-Gemisch* mit $\phi_d = 1\ Vol\%$

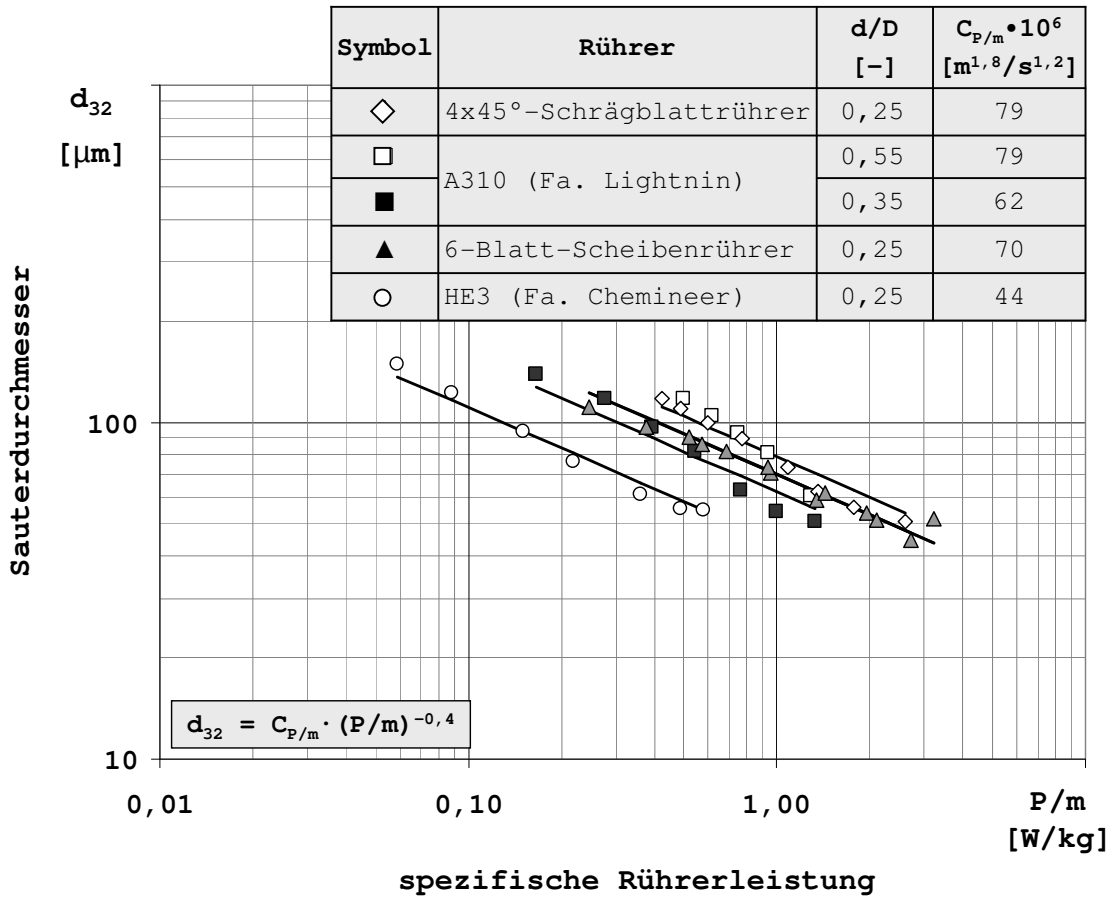


Abbildung 2.6: *Sauterdurchmesser als Funktion der spezifischen Rührerleistung, die rührerspezifischen Konstanten $C_{P/m}$ sind mithilfe der Daten von* Zhou *et al. [99] eigens ermittelt worden*

mit den Aussagen von Liepe [52], wonach für den 3x24°-Schrägblatt- und den Propellerrührer die höchsten Dissipationsverhältnisse berechnet wurden (siehe Gleichung 2.58 und Tabelle 2.4). Nachdem die Autoren ihre Messergebnisse nicht mit der von Henzler [32] überlieferten Gleichungen korrelieren konnten (siehe Gleichung 2.66), wurde der Einfluss der makroskopischen Dehnströmungen auf die Partikelbeanspruchung diskutiert. Anhand von PIV-Messungen konnten die Geschwindigkeitsgradienten der makroskopischen Strömungen für einen 3x24°-Schrägblatt- und einen 6-Blatt-Scheibenrührer qualitativ gegenübergestellt werden. Wille [91] kommt zu dem Schluss, dass die Bereiche, in denen Dehnströmungen auftreten, bei einem 3x24°-Schrägblattrührer im Vergleich zum 6-Blatt-Scheibenrührer überwiegen.

Auch **Zhou et al. [100], [101]** nutzten die *Phasen-Doppler-Anemometrie (PDA)*, um die Dispergiereigenschaften verschiedener Rührer in einem Laborreaktor ($D = 0,24\ m$, $\phi_d = 0,0003$) zu untersuchen. Sie bestätigen die Gültigkeit des Beanspruchungsmodells von Shinnar [75]: $d_{32} \propto \bar{\epsilon}^{-0,4}$ (siehe auch Abbildung 2.6). Zudem verdeutlichen die Re-

sultate der Abbildung 2.6, dass bei gleichem Leistungseintrag durch den *HE3-Rührer* der Fa. CHEMINEER die kleinsten Tropfen produziert werden. Dieser Rührer hat auch eines der höchsten Dissipationsverhältnisse: $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon} = 153$ (siehe Tabelle 2.1). Lediglich für den 6-Blatt-Scheibenrührer sind höhere Dissipationsverhältnisse durch ZHOU et al. [101] ermittelt worden (vgl. mit Tabelle 2.1). Jedoch führt das größere Dissipationsverhätlnis des 6-Blatt-Scheibenrührers nicht zu kleineren Tropfen, wie der Abbildung 2.6 entnommen werden kann. Hierdurch gelingt es ZHOU et al. [101] auch nicht die gemessenen Sauterdurchmesser mit der maximalen Energiedissipation zu korrelieren. Dieser Umstand wird auch durch den Vergleich des 4x45°-Schrägblattrührers mit dem *A310*-Rührer der Fa. LIGHTNIN ($d/D = 0,55$) bestätigt. So produzieren diese beiden Rührer annähernd die gleichen Sauterdurchmesser (siehe Abbildung 2.6), obwohl deren Dissipationsverhältnisse fast um eine Größenordnung[17] verschieden sind.

STAMATOUDIS et al. untersuchten den Einfluss der *Rührerblattanzahl* [77][18] und der *Rührerblatthöhe* [78][19] eines 6-Blatt-Scheibenrührers ($d/D = 0,33$ mit $D = 0,3\ m$) auf die Tropfenbeanspruchung. Dabei stellte sich heraus, dass der theoretische Zusammenhang $d_{32} \propto \bar{\epsilon}^{-0,4}$ gut angenähert werden konnte. Weiter sinkt der Sauterdurchmesser mit steigender Rührerblatthöhe bei gleicher Drehfrequenz. Ebenso verringern sich die Sauterdurchmesser mit steigender Rührerblattanzahl (bei $N = const.$).

HAMOUZ et al. [28] untersuchten in einem Laborreaktor ($D = 0,2\ m$) bei sehr hohen Drehzahlen ($> 1.100\ min^{-1}$) die Dispergiereigenschaften bezüglich des *Rührertyps, Zudosierungsortes und der Viskosität der dispersen Phase*. Infolge der hohen Leistungseinträge von bis zu $\bar{\epsilon} = 15 W/kg$ wurde folgende Abhängigkeit des Sauterdurchmessers ermittelt:

$$d_{32}\ [\mu m] = C_{P/m} \cdot \bar{\epsilon}^{-0,24} \ \rightarrow \ \bar{\epsilon}\ [m^2/s^3]. \tag{2.61}$$

Es wurde ein 4x45°-Schrägblattrührer[20] mit einem Zahnscheibenrührer[21] verglichen und festgestellt, dass der Zahnscheibenrührer bei gleichem Leistungseintrag 30 Prozent kleinere Tropfen produziert. Jedoch konnten die Sauterdurchmesser der beiden Rührer mit der Rührerumfangsgeschwindigkeit korreliert werden: $\rightarrow\ d_{32} \approx 48 \cdot (N \cdot d)^{-0,74}$.

PETER et al. [62] konnten die maximalen stabilen Tropfendurchmesser $d_{P,max}$, welche mit einem 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,4;\ h/d = 0,2$) in einem Rührreaktor mit $D = 0,22\ m$ erzeugt wurden, eindeutig mit der maximalen Energiedissipation korrelieren. Dabei wurde die maximale Energiedissipation nach dem Ansatz von LIEPE [52], [53], [54]

[17] $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon} = 14$ für den *A310*-Rührer der Fa. LIGHTNIN und $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon} = 129$ für den 4x45°-Schrägblattrührer (siehe Tabelle 2.1)

[18] Wasser-Kerosin-Gemisch mit $\nu_d = 0,93\ mPa \cdot s$, $\rho_d = 794\ kg/m^3$ und $\gamma = 38,7\ mN/m$

[19] Wasser-Kerosin-Gemisch mit $\nu_d = 1,74\ mPa \cdot s$, $\rho_d = 790\ kg/m^3$ und $\gamma = 32\ mN/m$

[20] $d/D = 0,25$, $Ne = 0,99$, $C_{P/m} = 40,0$

[21] $d/D = 0,25$, $Ne = 0,32$, $C_{P/m} = 28,1$

(siehe Gleichung 2.57 mit $c_D = 0,5$) ermittelt. Bei kritischer Betrachtung dieser Gleichung 2.57 wird jedoch deutlich, dass in diesem Fall ($d = const.$ und $c_D = const. \rightarrow \epsilon_{max} \propto w_{tip}^3$) eine Korrelation mit der Rührerumfangsgeschwindigkeit ebenfalls erfolgreich ist. Somit können die Untersuchungen von PETER et al. [62] nicht die Ursachen der Tropfenbeanspruchungen widerspruchsfrei klären. Des Weiteren wurde die Tropfenbeanspruchung in einem gerührten Reaktor mit einem Schüttelkolben verglichen. Dabei wurde festgestellt, *dass die maximale Energiedissipation in einem Rührreaktor ungefähr 10 mal größer ist als in einem Schüttelkloben.*

Fest-flüssig-Systeme - Experimentelle Untersuchungen

An der Universität Paderborn wurde von TRALLES [84] ein *nichtbiologisches* Modellstoffsystem (*Ton/Polymerflockensystem*) entwickelt, womit es möglich war, die mechanischen und hydrodynamischen Partikelbeanspruchungen in einer turbulenten Strömung zu bestimmen. Von HOFFMANN et al. [35] wurde nachgewiesen, dass das nichtbiologische Testsystem die Abscherung tierischer Zellen von ihren Trägern ($\rightarrow$ adhärente Zellen) qualitativ wiedergibt. In weiteren Arbeiten wurde das Ton/Polymerflockensystem hinsichtlich seiner Charakteristik (Endflockensteigerungskriterium bzw. Endflockengröße - BÜSCHER [13], später relative Flockendichte - BÜSCHER et al. [14]) optimiert (siehe auch HOFFMANN et al. [36], HENZLER und BIEDERMANN [7], [31], [32]). Parallel zu diesen Untersuchungen wurden andere Stoffsysteme auf ihre Eignung getestet. So wurden zu dem bekannten Ton/Polymerflockensystem (Flockengröße als Kriterium) Untersuchungen mit einer Emulsion (Tropfengröße) und Enzymen (Enzymaktivität) durchgeführt. Die Ergebnisse gaben die bisherigen Kenntnisse, welche mit dem Ton/Polymerflockensystem erzielt wurden, qualitativ wieder. Bezüglich der ***Partikelbeanspruchung in Rührreaktoren*** sind in den Arbeiten von BIEDERMANN [7] und HENZLER [31], [32], [33] umfangreiche Untersuchungen zu finden. Dabei entsprechen die resultierenden Aussagen qualitativ denen anderer Autoren (u.a. HÜLSCHER [39], LIEPE [52], RITTER [66], WILLE [91]), welche zum Teil Flüssig/flüssig-Systeme verwendeten. In der Abbildung 2.7 ist der Vergleichsflockendurchmesser d_{FV} als Funktion der spezifischen Rührerleistung P/V aufgetragen. Zunächst ist zu erkennen, dass mit steigendem Leistungseintrag der Vergleichsflockendurchmesser abnimmt:

$$d_{FV} \propto (P/V)^{-1/3} \propto \bar{\epsilon}^{-1/3}. \tag{2.62}$$

Diese Abhängigkeit ist gleich der von SHINNAR [75] hergeleiteten Beziehung für eine Beanspruchung der Partikel im Dissipationsbereich (siehe Gleichung 2.55). Weiter sind signifikante Unterschiede bei den verschiedenen Rührorganen zu erkennen. So wurden

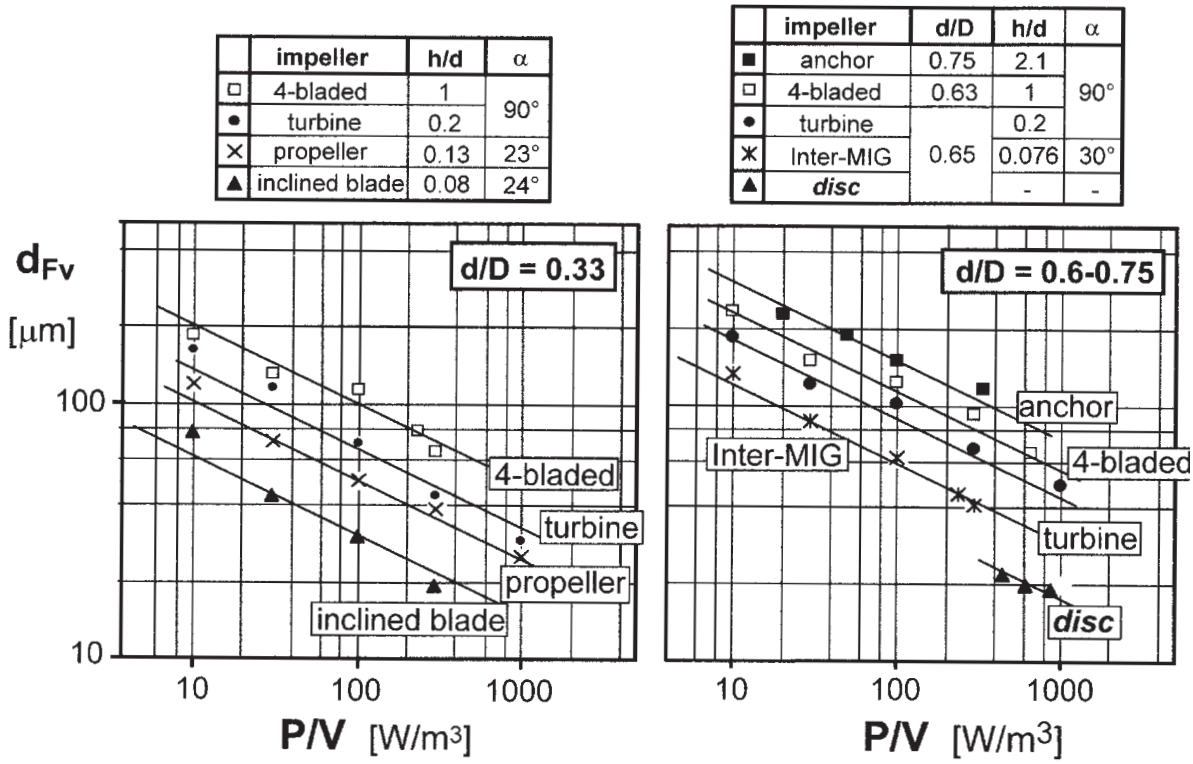


Abbildung 2.7: *Vergleichsfockendurchmesser als Funktion der spezifischen Rührerleistung ($H/D = 1$ sowie 4 Stromstörer mit $B_S/D = 0,1$) aus* Henzler *[33]*

durch den 3x24°-Schrägblattrührer (*inclined blade*) die kleinsten und durch den 4-Blatt- (*4-bladed*) bzw. Ankerrührer (*anchor*) die größten Vergleichspartikel hergestellt. Zudem zeigt sich der bereits vielfach beobachtete Zusammenhang (u.a. Geisler [25], Liepe et al. [52], Ritter [66] oder Zhou et al. [99], [101], [100]), dass eine Vergrößerung des Rührerdurchmessers (d/D) beanspruchungsärmer ist (vgl. 6-Blatt-Scheibenrührer [*turbine*] oder 4-Blatt-Rührer [*4-bladed*] mit jeweils $d/D = 0,33$ bzw. $d/D = 0,65$ in der Abbildung 2.7). Weiter konnte bei diesen Untersuchungen festgestellt werden, dass eine Verringerung des *Anstellwinkels* α ebenso wie eine Verringerung der *Rührerblatthöhe*[22] h (siehe auch Stamatoudis et al. [78]) sowie der *Rührerblattanzahl* N_B (siehe auch Stamatoudis et al. [77]) zu größeren Beanspruchungen und letztlich zu kleineren Vergleichsflockendurchmessern führt. Henzler und Biedermann [7], [31], [32], [33] weisen auch darauf hin, *dass mit radialfördernden Rührern (Blatt- und Scheibenrührer) im Vergleich zu axialfördernden Rührern (Propeller- und Schrägblattrührer) bei gleichem Leistungseintrag ($P/V = const.$) schonender gerührt werden kann.* Mithilfe eines dimensionslosen Korrekturfaktors:

[22] Im Extremfall ist nur noch die Rührerscheibe (*disc*) vorhanden, welche sehr hohe Beanspruchungen respektive kleine Flocken produziert (siehe Abbildung 2.7).

$$F = \left(\frac{d}{D}\right)^2 \cdot \left(\frac{h_P}{d}\right)^{2/3} \cdot N_B^{0,6} \cdot (sin\alpha)^{1,15} \cdot N_Z^{2/3} \cdot \left(\frac{H}{D}\right)^{-2/3} \tag{2.63}$$

welcher die Rührerdurchmesser d, die projizierte Rührerblatthöhe h_P mit:

$$h_P = sin(\alpha) \cdot h \tag{2.64}$$

(siehe auch Abbildung 4.3) die Rührerblattanzahl N_B, die Anstellwinkel der Rührerblätter α, der Anzahl der Rührer auf einer Rührwelle N_Z sowie dem Füllverhältnis H/D berücksichtigt, konnte HENZLER [32] mit folgender Beziehung:

$$d_{FV}\ [\mu m] = 63 \cdot \left(\frac{\bar{\epsilon}}{F}\right)^{-1/3} \ \rightarrow\ \bar{\epsilon}\ [m^2/s^3], F\ [-] \tag{2.65}$$

die Messergebnisse mit hinreichender Genauigkeit korrelieren[23]. In der Gleichung 2.65 steckt die Überlegung, dass der größte Teil der zugeführten Energie in der rührernahen Strömung dissipiert (Rührervolumen). In Anlehnung an die Turbulenzuntersuchungen von MÖCKEL [60] und GEISLER [25] wurde die Gleichung 2.65 in das entsprechende Dissipationsverhältnis überführt (siehe BIEDERMANN [7] bzw. HENZLER [32], [33])[24]:

$$\frac{\epsilon_{max}}{\bar{\epsilon}} = \frac{4}{\left(\frac{d}{D}\right)^2 \cdot \left(\frac{h_P}{d}\right)^{2/3} \cdot N_B^{0,6} \cdot (sin\alpha)^{1,15} \cdot N_Z^{2/3} \cdot \left(\frac{H}{D}\right)^{-2/3}}. \tag{2.66}$$

Die Kombination der obenstehenden Gleichungen 2.65 und 2.66 führt zu dem für das Ton/ Polymerflockensystem gültigen Zusammenhang:

$$d_{FV}[\mu m] = 100 \cdot \epsilon_{max}^{-1/3} \ \rightarrow\ \epsilon_{max}\ [m^2/s^3]. \tag{2.67}$$

[23] Mit $C = 63$ in Gleichung 2.65 wird ein relativer Fehler von $\rightarrow\ \bar{\nu}_{rel} = \pm 30\%$ angegeben.

[24] Diese Gleichung ist gültig im Bereich: $0,225 < d/D < 0,75; 0,1 < h/d < 1; 2 < N_B < 12; 24° < \alpha < 90°; N_Z = 1\&2; 1 < H/D < 2$

2.3 Diskussion zum Stand des Wissens

In diesem Abschnitt sollen die bisher dargestellten Literaturstellen zur Beurteilung der Partikelbeanspruchung an einem konkreten Beispiel diskutiert werden. So kann ein Gesichtspunkt bei der Rührwerksauslegung sein, den *„schonensten"* Rührer für einen vorgegebenen, unbegasten Rührprozess auszuwählen. Als Vorgabe dient eine konstante spezifische Rührerleistung ($\bar{\epsilon} = const.$). Zur Auswahl stehen:

- ein *Radialrührer* - 6-Blatt-Scheibenrührer (SR) und
- ein *Axialrührer* - 4x45°-Schrägblattrührer (SBR)

mit einem typischen Durchmesserverhältnis von $d/D = 0,33$ bzw. $d/D = 0,5$. Mithilfe des Dissipationsverhältnisses soll die Partikelbeanspruchung bei gleichem spezifischen Leistungseintrag abgeschätzt werden. *Demnach ist der Rührer am schonendsten, welcher das niedrigste Dissipationsverhältnis vorzuweisen hat.*

Der Vergleich der **Dissipationsverhältnisse in der Tabelle 2.6**[25] zeigt, dass zum Teil große Unterschiede vorhanden sind. So werden für den 6-Blatt-Scheibenrührer Dissipationsverhältnisse im Bereich $15 \leq \epsilon_{max}/\bar{\epsilon} \leq 145$ und für den 4x45°Schrägblattrührer $26 \leq \epsilon_{max}/\bar{\epsilon} \leq 88$ angegeben. Bezüglich der Partikelbeanspruchung lassen sich zudem *unterschiedliche Aussagen* ableiten. Geisler [25], Schäfer [69] und Zhou et al. [99] empfehlen für ein schonendes Rühren einen Axialrührer statt eines Radialrührers. Dagegen teilen Liepe [52][26] und Werner [89] mit, dass keine signifikanten Unterschiede bei diesen beiden Rührertypen vorhanden sind. Die Gleichung 2.26 (Werner [89]) lässt sich sogar dahingehend interpretieren, dass die Art des Rührers bezüglich der Beanspruchung überhaupt keinen Einfluss hat. Im Gegensatz zu diesen Aussagen zeigen die Untersuchungen von Henzler [32], [33] sowie Ritter [66] und Wille [91], dass der 6-Blatt-Scheibenrührer für ein schonendes Mischen zu bevorzugen ist.

Dieser kurze Überblick zeigt bereits, dass eine **eindeutige Beurteilung der Partikelbeanspruchung in gerührten Reaktoren nicht möglich ist**. Einzig die Aussage, *dass eine Vergrößerung des Rührerdurchmessers d/D zu geringeren Beanspruchungen führt*, ist identisch. So ist für dieses Beispiel der 6-Blatt-Scheibenrührer mit $d/D = 0,5$ am schonendsten. Jedoch werden auch dazu verschiedene Abhängigkeiten angegeben. Unter der Voraussetzung von $H/D = 1$ lassen sich die Gleichungen 2.23 (Geisler), 2.26 (Werner) und 2.58 (Liepe et al.) wie folgt zusammenfassen:

[25] Das Dissipationsverhältnis für Baldi et al. [3] wurde anhand der publizierten normierten maximalen Energiesdissipation $\epsilon_{max}/(N^3 \cdot d^2)$ berechnet.

[26] Folgende Dissipationsbeiwerte sind verwendet worden: 4x45°-Schrägblattrührer $c_D = 0,17$; 6-Blatt-Scheibenrührer $c_D(d/D = 0,33) = 0,5$; $c_D(d/D = 0,5) = 0,45$.

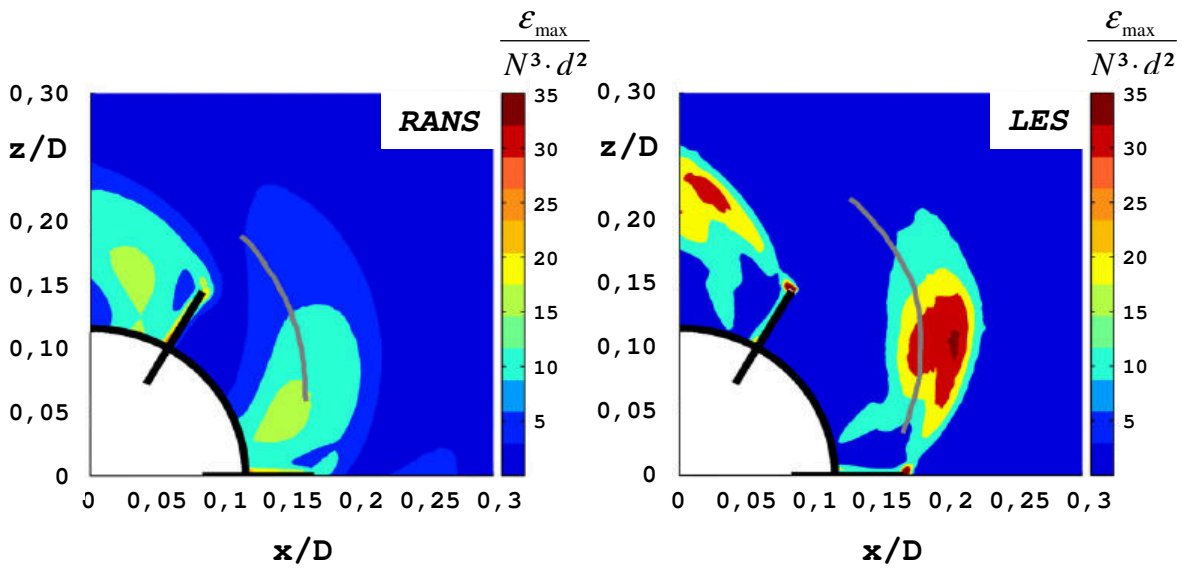


Abbildung 2.8: *Einfluss des Turbulenzmodells (links: RANS; rechts: LES) bei der Bestimmung der maximalen Energiedissipation nach* Delafosse *et al. [16]*

$$\frac{\epsilon_{max}}{\bar{\epsilon}} \propto \left(\frac{D}{d}\right)^3 \tag{2.68}$$

Dagegen zeigen die Untersuchungen von Henzler [33] mit $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon} \propto \left(\frac{D}{d}\right)^2$ und Zhou et al. [99], [100] mit $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon} \propto \left(\frac{D}{d}\right)^{2,2...2,7}$ einen signifikant geringeren Einfluss des Rührerdurchmessers. Weiter verdeutlichen die Daten in der Tabelle 2.6, dass die Aussagen bezüglich der Partikelbeanspruchung anhand der verwendeten Messmethode ($\rightarrow$ *indirekt* bzw. *direkt*) prinzipiell unterteilt werden können.

> *Dementsprechend wurden mithilfe der* indirekten *Methoden (LDA, PIV) die Axialrührer als besonders schonend charakterisiert. Dagegen zeigen die* direkten *Methoden, dass gerade die Axialrührer die kleinsten Tropfen respektive hohe Beanspruchungen produzieren.*

Weiterhin ist bemerkenswert, dass die Ermittlung der Energiedissipation unter Beachtung des *Drehwinkels* im Vergleich zu den *zeitgemittelten* Untersuchungen deutlich abweicht. Durch umfangreiche Untersuchungen, bei denen alle drei Geschwindigkeitskomponenten ($w'_{ax}, w'_{rad}, w'_{tan}$) für einen Radial- und einen Axialrührer an diversen Positionen im Rührkessel vermessen wurden, konnte Schäfer [69] etwa doppelt so hohe Energiedissipationen bestimmen.

Bei den Untersuchungen mit der **numerischen Fluiddynamik (CFD)** fällt auf, dass keine vergleichenden Untersuchungen für verschiedene Rührertypen bekannt sind. Die Untersuchungen konzentrieren sich primär auf den Einfluss der Turbulenzmodelle. Demnach

zeigen die Ergebnisse von JENNE et al. [41], dass die Wahl des Turbulenzmodells bei der Quantifizierung der maximalen Energiedissipation elementar ist. Ähnliche Zusammenhänge sind auch in den Arbeiten von DELAFOSSE et al. [16][27] zu finden. Dabei wurden *Large-Eddy-Simulationen (LES)* mit instationären REYNOLDSgemittelten-Simulationen (*RANS* $\rightarrow$ Standard k-ϵ-Turbulenzmodell) verglichen und festgestellt, dass qualitative und quantitative Unterschiede vorhanden sind (siehe Tabelle 2.6 und Abbildung 2.8). Die Abbildung 2.8 zeigt die instationären Resultate der normierten Energiedissipation. Es wird deutlich, dass die *LES-Simulation* sehr hohe Beanspruchungen im Nachlauf *und* an den Rührerblattkanten abbildet. Dagegen werden durch die *RANS-Simulationen* die Nachlaufwirbel unterschätzt und letztlich die maximalen Beanspruchungen *nur* an den Rührerblattkanten abgebildet.

Abschließend kann festgehalten werden, dass signifikante quantitative Abweichungen bei der Berechnung des Dissipationsverhältnisses bzw. der Partikelbeanspruchungen vorhanden sind. *Schwerwiegender ist jedoch* ***die Tatsache der unterschiedlichen qualitativen Bewertungen****, wodurch eine gezielte Rührerauswahl bezüglich der Partikelbeanspruchung unmöglich ist.* Zusätzlich ist auch eine Charakterisierung der Partikelbeanspruchung hinsichtlich der Bewehrung (Stromstörer etc.) nicht ausreichend untersucht worden. So wurde zum Beispiel von BIEDERMANN [7] und HENZLER [32], [33] eine höhere Beanspruchung in unbewehrten Reaktoren im Vergleich zu bewehrten Reaktoren gemessen. Dagegen publiziert LIEPE [52] eine vergleichbare Beanspruchung in unbewehrten und bewehrten Rührreaktoren bei gleichem spezifischen Leistungseintrag.

[27] Folgende Daten sind bekannt: $D = 0,45\ m$; $d/D = 0,33$; $N = 150\ min^{-1}$

Tabelle 2.6: *Übersicht der normierten, maximalen Energiedissipation* $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon}$ *für* $H/D = 1$ (SR...6-Blatt-Scheibenrührer, SBR...4x45°-Schrägblattrührer)

		SR	**SR**	**SBR**	**Anmerkung**
	d/D	**0,50**	**0,33**	**0,33**	
	Ne	**4,0**	**4,3**	**1,4**	
Geisler [25]	Gl. [2.23]	11	↗ 38	↘ 26	LDA (w'_{ax} und w'_{rad}), zeitgemittelt
Werner [89]	Gl. [2.26]	14	↗ 47	→ 47	LDA (w'_{ax} und w'_{rad}), zeitgemittelt
Zhou et al. [99], [100]	-	24	↗ 48	↘ 38	1D-LDA (w'_{ax}oder w'_{rad}), zeitgemittelt
Baldi et al. [3]	-	-	50	-	2D-PIV (w'_{ax} und w'_{rad}), zeitgemittelt
Huchet et al. [38]	-	-	80	-	2D-PIV (w'_{ax}, w'_{rad} und w'_{tan}), zeitgemittelt
Schäfer [69]	-	-	145	↘ 69	LDA (w'_{ax}, w'_{rad} und w'_{tan}), drehwinkelaufgelöst
Liepe [52]	Gl. [2.58]	22	↗ 79	↗ 88	Flüssig/flüssig-Modellstoffsystem
Henzler [33], [32]	Gl. [2.66]	16	↗ 37	↗ 88	Fest/flüssig-Modellstoffsystem
Delafosse et al. [16]	-	-	52/42	-	*CFD:* Standard k-ϵ / *LES*
Jenne et al. [41]	-	-	43/15	-	*CFD:* Standard k-ϵ / RNG k-ϵ

3 Aufgaben- und Zielstellung

Experimentelle Untersuchungen

Die Aufgabenstellung umfasst die Etablierung einer *Inline-Messmethode* zur Bestimmung der zeitlich veränderlichen Partikelgrößenverteilungen als Kriterium für die Partikelbeanspruchung in (Bio-)Reaktoren. Der Fokus soll dabei auf einen technisch relevanten Bereich des spezifischen Leistungseintrages[1] und speziell auf den für das *Ton/Polymer-Flockensystem* kritischen Einsatzbereich in gerührten Reaktoren:

$$P/V \leq 30...50\ W/m^3$$

(Stinzing et al. [80]) gelegt werden. Dabei wird für diese Arbeiten ein Flüssig/flüssig-Modellstoffsystem bevorzugt. Dieses muss zunächst ausgewählt und anschließend *umfassend* charakterisiert sowie getestet werden.

Weiter sollen umfangreiche Untersuchungen zur Partikelbeanspruchung als Funktion der Rührergeometrie sowie deren Einbau- und Betriebsbedingungen für typische Rührorgane realisiert werden. Hierbei sollen zudem unterschiedliche Bewehrungszustände (Stromstöreranzahl, -art, -eintauchtiefe) mit einbezogen werden.

Numerische Untersuchungen (CFD)

Durch den Vergleich der experimentellen Untersuchungen mit validierten Simulationen wird eine Lokalisierung und Ursachenforschung bezüglich der Partikelbeanspruchung erst möglich. Mithilfe der numerischen Fluiddynamik (CFD) kann das *makroskopische* Geschwindigkeitsfeld der simulierten, mittleren Geschwindigkeiten in *Scher- und Dehn- bzw. Stauchzonen* unterteilt werden. Dies ist ein **neuer, wesentlicher Aspekt**, welcher in der Vergangenheit nur durch Wille [91] diskutiert worden ist. Jedoch ist hierfür zunächst eine ***exakte Definition*** *von Scherung und Dehnung in dreidimensionalen Strömungen notwendig* ($\rightarrow$ Tensor der Geschwindigkeitsgradienten).

Auswertung

Durch eine gezielte Auswertung der experimentellen und numerischen Resultate sowie der bekannten Literaturdaten sind *Gleichungen* bzw. *Modelle* zu erstellen, wodurch die ***un-***

[1] Siehe Angaben für tierischen Zellen in der Tabelle 1.1!

terschiedlichen Beanspruchungen der verschiedenen Rührer bei gleichem Leistungseintrag erfasst werden können. Abschließend sind anhand dieser Gleichungen die Einflüsse bezüglich der Partikelbeanspruchung sowie ggf. Empfehlungen zu erarbeiten.

4 Experimentelle Methoden

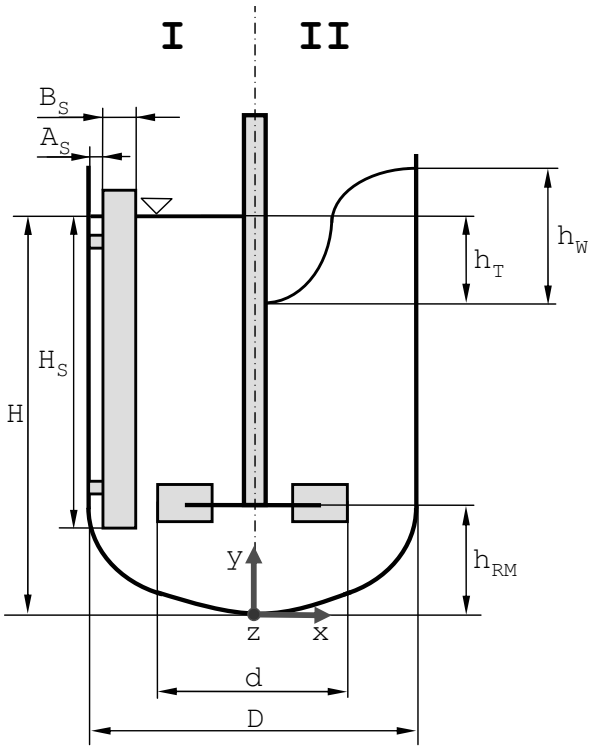
4.1 Versuchsaufbau

Verwendete Versuchsreaktoren Die in dieser Arbeit verwendete Nomenklatur ist den Abbildungen 4.1, 4.2, 4.3 und 4.4 zu entnehmen. Es werden Kleinbuchstaben für die Angaben zum Rührer (z.B.: d, b, h, h_{RM} siehe u.a. auch Tabelle 4.3) sowie zum Fluid (z.B.: h_T, h_W) und Großbuchstaben für die *Reaktorabmessungen* (z.B.: D, H, H_S, B_S) verwendet. Weiter ist in der Abbildung 4.1 das verwendete kartesische Koordinatensystem dargestellt. Dementsprechend ist die Höhe mit y und der Ursprung in der Mitte des Reaktorbodens definiert. Bei der Verwendung von Stromstörern ($\rightarrow$ bewehrt I) ist zu beachten, dass sich diese in der x-y-Ebene bzw. in der z-y-Ebene befinden. Folglich ist $x/z = 1$ gleichbedeutend mit der mittigen Position (45°) zwischen den Stromstörern.

Die Untersuchungen wurden in zylindrischen und optisch zugänglichen Laborreaktoren durchgeführt. In den Reaktoren waren keine hinderlichen Einbauten, wie z.B. Ausläufe oder Befestigungen, vorhanden. Das bedeutet auch, dass die Stromstörer, deren Form, Eintauchtiefe und Anzahl variabel gewesen sind (siehe Tabelle 4.2), oberhalb der Versuchsflüssigkeit befestigt wurden. Somit wurde eine zusätzliche Beeinflussung der Strömung durch Halterungen im Reaktor vermieden. Die Eigenschaften des Modellstoffsystems (u.a. Viskosität, Grenzflächenspannung und Dichte) sind temperaturabhängig. Daher sind die Reaktoren mithilfe einer rechteckigen Umhausung sowie eines Thermostaten (FP50-HE der Fa. Julabo mit 2.000 W Heizleistung und 900 W Kühlleistung bei 20°C) entsprechend temperiert worden. Für die Untersuchungen waren zwei Reaktorgrößen relevant (siehe Tabelle 4.1). Die Reaktoren dieser Arbeit waren bis auf den DN194-Reaktor, der einen Flachboden besitzt, jeweils mit Klöpperboden ($K_B = 0,064$) ausgestattet.

Stromstörer Bei den Stromstörern wurde zwischen herkömmlichen *Flachstromstörern* und *Eckstromstörern* unterschieden. Die Flachstromstörer (siehe Abbildung 4.1 und Abbildung 4.2) sind durch die Strömstörerbreite B_S, die Stromstörereintauchtiefe H_S und der Stromstörerstärke T_S sowie dem Abstand zur Behälterwand A_S definiert. Durch die Geometrie der Flachstromstörer kann eine vollständige Reinigung im Rührkessel (CIP)[1],

[1] Cleaning in Place (CIP), deutsch: Reinigung vor Ort



I **bewehrter Reaktor**

II **unbewehrter Reaktor**

D Behälterinnendurchmesser

H Füllhöhe

A_S Abstand Stromstörer-Wand

B_S Breite des Stromstörers

d Rührerdurchmesser

h_{RM} mittlere Rührereinbauhöhe

h_T Trombenhöhe

h_W Wellenhöhe

Abbildung 4.1: *Hauptabmessungen am Rührbehälter*

Tabelle 4.1: *Verwendete Versuchsreaktoren*

Bezeichnung	**Werkstoff**	D **[m]**	H **[m]**	K_B **[-]**	$V_{H/D=1}$ **[L]**
DN194	Plexiglas	0,194	0,30	0	5,7
DN200	Glas	0,200	0,30	0,064	5,9
DN400	Glas	0,400	0,60	0,064	47,0

wie sie prinzipiell in der Abbildung 4.2 dargestellt und in der industriellen Praxis gegeben ist, nicht gewährleistet werden. Die schlecht zu reinigenden Zonen sind in der Abbildung 4.2 durch die schraffierten ' kenntlich gemacht. In der Folge liegt es nahe, „Dreieck-“ bzw. Eckstromstörer für derartige Anforderungen zu verwenden. Bei der Verwendung von Eckstromstörern, die durch die Breite B_S, dem Winkel α_S und der Eintauchtiefe H_S definiert werden, können die schlecht zu reinigenden Bereiche konstruktiv vermieden werden (siehe Abbildung 4.2). Für diese Arbeiten wurde $\alpha_S = 90°$ gewählt. Die Eckstromstörer wurden, wie bereits oben erwähnt, außerhalb des Reaktors fixiert und so gut wie möglich an der Reaktorwandung angelegt. Für einen Produktionbehälter empfiehlt es sich, die Eckstromstörer an die Behälterwand anzuschweißen, um Totgebiete auszuschließen.

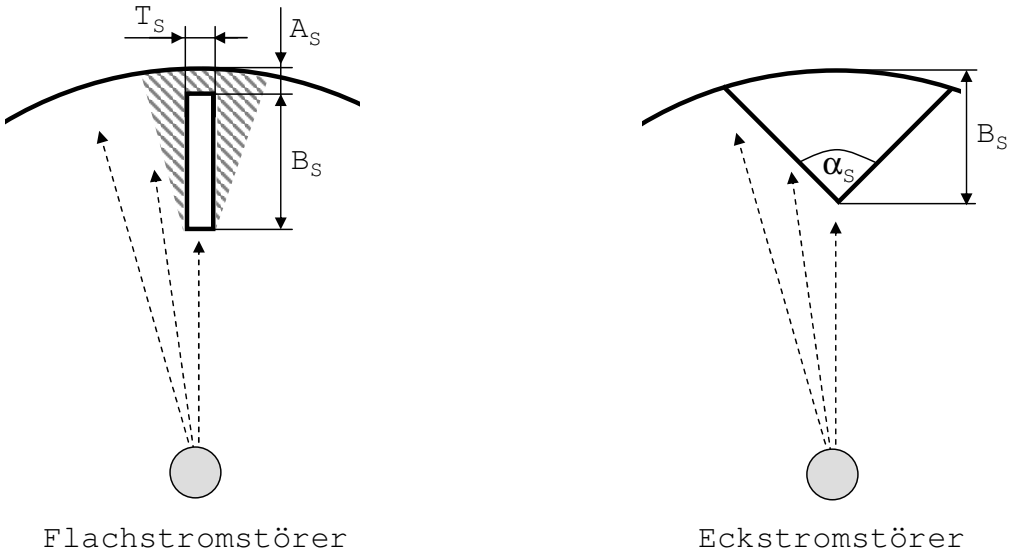


Abbildung 4.2: *Darstellung der verschiedenen Stromstörerformen*

Tabelle 4.2: *Verwendete Stromstörer*

Bezeichnung	B_S **[mm]**	B_S/D **[-]**	T_S **[mm]**	A_S/D **[-]**
Flachstromstörer (DN194)	15,5	0,080	3	0,015
Flachstromstörer (DN200)	20	0,100	3	0,015
Flachstromstörer (DN400)	32	0,080	7	0,020
Eckstromstörer (DN400)	17	0,043	-	0

In der Tabelle 4.2 sind die verwendeten Stromstörer charakterisiert[2]. Dabei ist die Anzahl der Stromstörer N_S und die Eintauchtiefe H_S nicht vermerkt, da sie variabel sind. Diese Parameter werden an den entsprechenden Stellen, d.h. in den Diagrammen bzw. Tabellen im Kapitel 5, angegeben.

Untersuchte Rührorgane Für die systematischen Untersuchungen der Partikelbeanspruchung sind speziell ausgewählte Rührorgane zum Einsatz gekommen. In den Tabellen 4.3 und 4.4 sowie den Abbildungen 4.3 und 4.4 sind die wichtigsten Abmessungen der untersuchten Rührorgane übersichtlich dargestellt.

Der **6-Blatt-Scheibenrührer** ist ein typischer Radialrührer, dessen sechs Rührerblätter im rechten Winkel auf einer Scheibe fixiert sind (siehe rechte Darstellung in der Abbildung 4.3). Die Scheibe hindert in begasten Reaktoren die Gasblasen am *direkten* Aufsteigen. Somit werden die Gasblasen mithilfe der Scheibe in die Nähe der Rührerblätter

[2]Das Verhältnis B_S/D ist für den Einsatz in entsprechenden Reaktoren gültig.

Tabelle 4.3: *Untersuchte Rührorgane*

Nr.	Bezeichnung	N_B [-]	d [mm]	b [mm]	h [mm]	t [mm]	d_{Na} [mm]	d_{Ni} [mm]
1	3-Blattrührer	3	156	68,5	245,0	3	29	16
2	6-Blatt-Scheibenrührer	6	97	24,3	19,4	1/3/5	24	10
3	6-Blatt-Scheibenrührer	6	132	33,0	26,4	2	24	16
4	6-Blatt-Scheibenrührer	6	200	50,0	40,0	2	24	16
5	4x45°-Schrägblattrührer	4	97	36,5	19,4	3	24	10
6	4x45°-Schrägblattrührer	4	132	54,0	26,4	3	24	10
7	3x24°-Schrägblattrührer	3	97	36,5	19,4	3	24	10
8	3x24°-Schrägblattrührer	3	132	54,0	26,4	2	24	16
9	3x24°-Schrägblattrührer	3	200	88,0	40,0	2	24	16

befördert, was das erwünschte Zerschlagen eben dieser Gasblasen unterstützt. Sind die Rührerblätter auf der Scheibe symmetrisch angeordnet (wie in dieser Arbeit), ergibt sich ein ***Scheiben- zu Rührerdurchmesserverhältnis*** von $\rightarrow d_S/d = 0,75$ (u.a. Beshay et al. [9], Yapici et al. [98]). Es ist jedoch auch eine asymmetrische Anordnung der Rührerblätter üblich. So ist ein Verhältnis von $d_S/d = 0,66$ (siehe u.a. Zlokarnik [103], Stamatoudis et al. [77], [78], [79], Zhou et al. [99]) oder $d_S/d = 0,61$ (Stoots et al. [81]) möglich. Die dimensionslose Rührerblatthöhe beträgt jeweils $h/d = 0,2$ und die dimensionslose Rührerblattbreite $b/d = 0,25$. Die Scheibendicke der verwendeten Rührer ist mit $h_S = 3\ mm$ bei allen Rührern gleich. Wie der Tabelle 4.3 zu entnehmen ist, sind für diesen Rührertyp zusätzlich die ***Rührerblattstärken*** t für die Untersuchungen im DN200-Reaktor ($d = 97\ mm$) variiert worden. Durch die Arbeiten von Chapple et al. [15], Ritter [66] und Umhack [86] ist bekannt, dass speziell bei radialfördernden Rührern ein Einfluss der Blattstärke bzw. -form auf den Leistungseintrag respektive der Newtonzahl vorhanden ist. Somit verringern sich die Newtonzahlen mit steigender Rührerblattstärke. Aus diesem Grund wird auch eine Abhängigkeit der Partikelbeanspruchung von der Rührerblattstärke erwartet. Dieser Zusammenhang wurde bereits von Ritter [66] experimentell untersucht, konnte jedoch nicht eindeutig nachgewiesen werden. Mithilfe numerischer Untersuchungen (CFD) konnte Umhack [86] geringere mechanische Beanspruchungen an abgerundeten Rührerblättern im vergleich zu scharfkantigen Rührern feststellen. Infolge der Untersuchungen zur Turbulenz u.a. von Geisler [25], Laufhütte [50], Werner [89] und Schäfer [69] sowie Yianneskis [3] und Huchet [38] ist der 6-Blatt-Scheibenrührer als besonders beanspruchungsintensiv charakterisiert worden. Daraus folgte die Darstellung, dass der Scheibenrührer hervorragend als Dispergierorgan

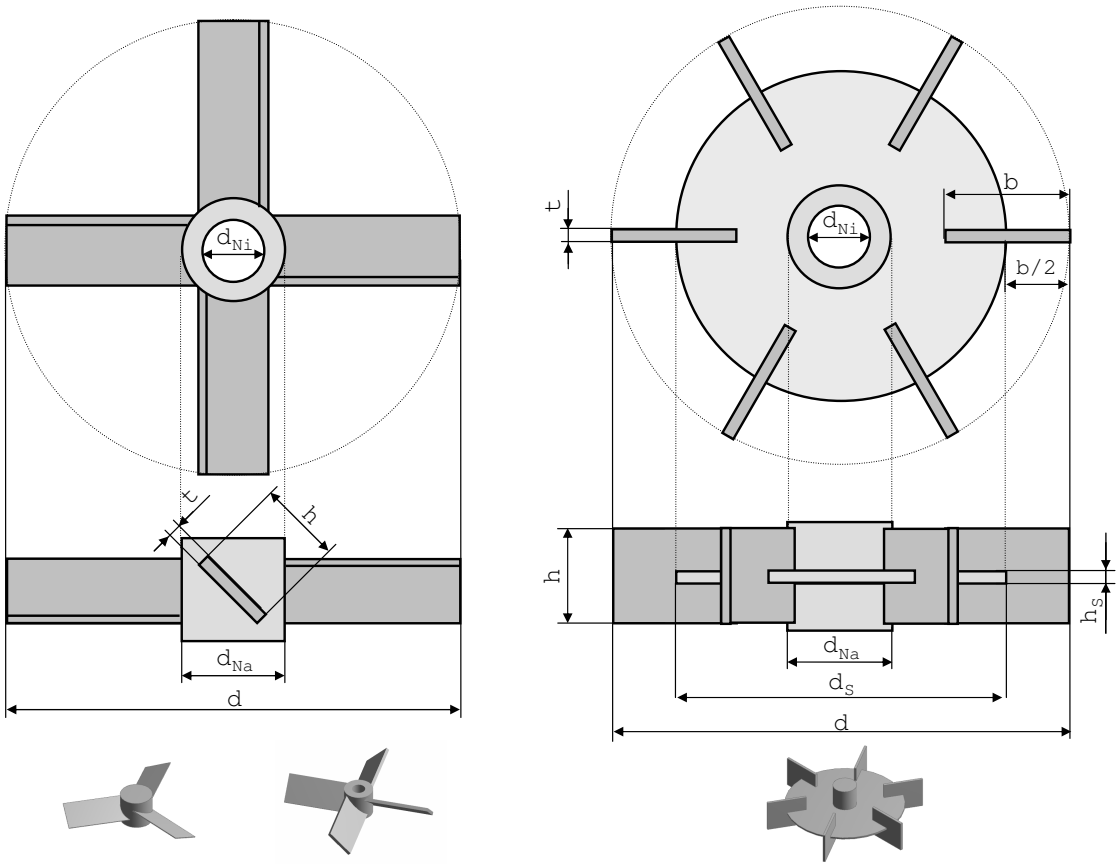


Abbildung 4.3: *Allgemeine Skizzen der Rührorgane: Schrägblattrührer (links) und Scheibenrührer (rechts)*

geeignet ist (siehe u.a. Website der Fa. Ekato [21]). Hinsichtlich der Partikelbeanspruchung widersprechen die Messergebnisse von Biedermann [7] bzw. Henzler [32], [33], [31], Ritter [66], Wille [91] und Zhou et al. [100], [101] dieser Einschätzung. Dabei verwendeten die eben genannten Autoren Partikelgrößenverteilungen (Flocken und/oder Tropfen) als Beanspruchungskriterium (siehe ausführlicher in *Kapitel 2*). Zusammengefasst lässt sich das Begasen, das Flüssig-flüssig-Dispergieren und schließlich die Fermentation als klassisches Einsatzgebiet für den 6-Blatt-Scheibenrührer ableiten.

Der dreiblättrige Schrägblattrührer, dessen Rührerblätter einen Anstellwinkel[3] von 24° aufweisen (→ **3x24°-Schrägblattrührer**) ist ein typischer Vertreter der *Axialrührer*. Er wird vorwiegend für Suspendieraufgaben eingesetzt und häufig auf der Grundlage der Untersuchungen von Geisler [25] als schonender Rührer charakterisiert (siehe u.a. Fa. Ekato [21]). Dagegen zeigten die Untersuchungen von Biedermann [7] und Henzler [32], [33] mit einem Fest/ flüssig-Modellstoffsystem, dass dieser Rührer mit Abstand die

[3] Zur Definition: Der Anstellwinkel des Scheibenrührers in Abbildung 4.3 beträgt 90°.

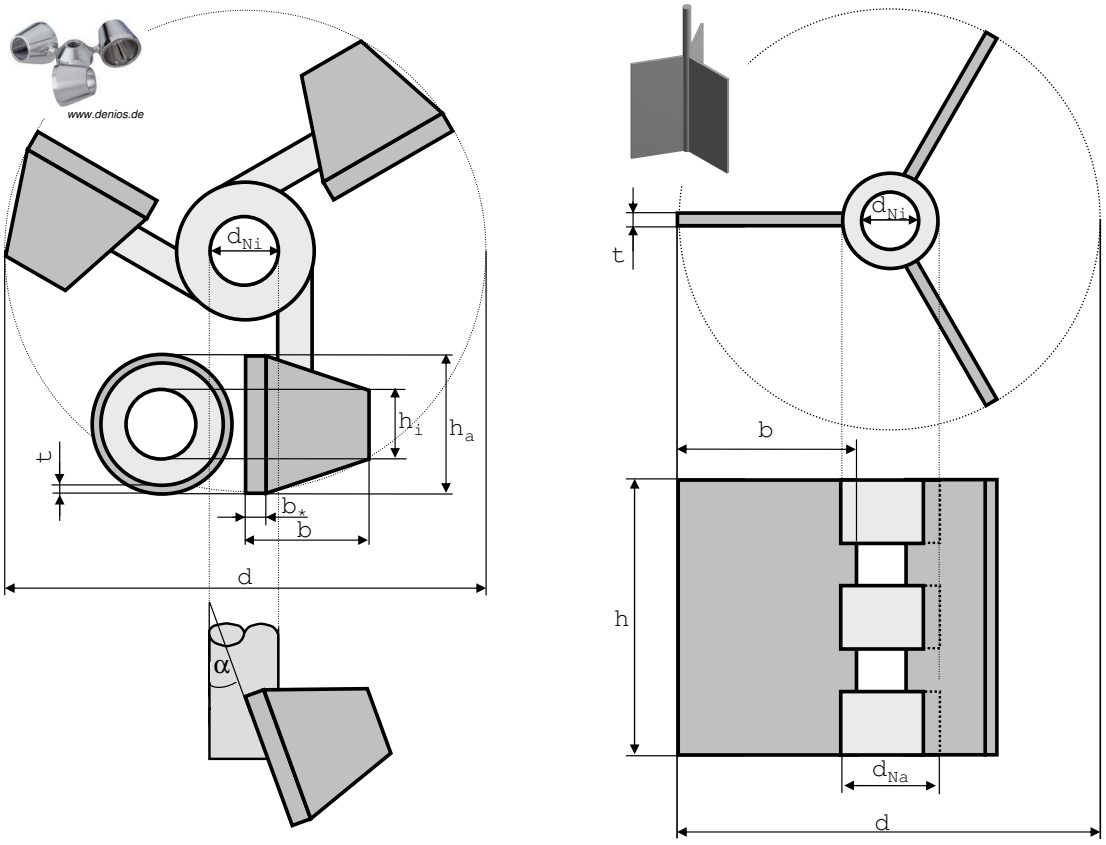


Abbildung 4.4: *ViscoJet®-Rührer der Fa.* INOTEC *(links) und 3-Blattrührer (rechts)*

höchsten Beanspruchungen erzeugt.

Des Weiteren wurde der **4x45°-Schrägblattrührer** (siehe auch linke Darstellung in der Abbildung 4.3) für die Untersuchungen ausgewählt. Auch zu diesem Rührer sind entsprechende Turbulenzmessungen (*LDA*) in der Literatur vorhanden (siehe SCHÄFER [69]). Infolge der typischen Eigenschaften:

- Geometrie → Blattanzahl $N_B = 4$, Anstellwinkel $\alpha = 45°$
- Strömungsprofil → axial- und radialfördernd
- Leistungseintrag bzw. Strömungswiderstand → NEWTONzahl

lässt sich der 4x45°-Schrägblattrührer zwischen den oben genannten Rührorganen (6-Blatt-Scheibenrührer und 3x24°-Schrägblattrührer) einordnen. Hierdurch sollten sich weitere wichtige Erkenntnisse bei der Charakterisierung der Partikelbanspruchung ergeben. Die dimensionslosen Rührerblatthöhen der Schrägblattrührer sind jeweils mit $h/d = 0,2$ definiert.

Nach der Analyse der ersten Partikelbeanspruchungsmessungen wurden die Untersuchungen durch einen **3-Blatt-Rührer** (→ Radialrührer mit drei Rührerblättern) sowie

Tabelle 4.4: *Abmessungen der 3-blättrigen ViscoJet®-Rührorgane*

Nr.	**Bezeichnung**	d [mm]	h_a/d [mm]	h_i/d [mm]	b/d [mm]	b_*/d [mm]	t [mm]	α [°]
10	ViscoJet®	80	0,325	0,20	0,25	0,056	2,0	10
11	ViscoJet®	120	0,267	0,15	0,20	0,042	2,0	10

dem weniger publizierten **ViscoJet®-Rührer** der Fa. INOTEC-GMBH erweitert (siehe Abbildung 4.4). Aufgrund der sehr großen Rührerflächen des 3-Blattrührers werden sehr hohe NEWTONzahlen und somit niedrige Rührerumfangsgeschwindigkeiten, die einen direkten Einfluss auf die Partikelbeanspruchung haben, erwartet. Bei der Fertigung des Blattrührers wurde auf einen sehr geringen Abstand zur Rührerwelle geachtet, so dass die Rührerblätter an die Stärke der drei Naben ($t_N = (d_{Na} - d_{Ni})/2 = 6,5\ mm$) angepasst worden sind (Vergleiche mit b in der rechten Darstellung der Abbildung 4.4).

Die patentierte ***inoJet® Rührtechnologie*** (*ViscoJet®-Rührer*) erwies sich für die Arbeiten als relevant, da mit diesem Rührsystem

> *Zitat: „durch das Staudruckprinzip, bei dem das Medium laminar durch die Verdränger strömt“*, ein *„**äußerst** schonendes Rühren“* erfolgt (Website der Fa. INOTEC [40]).

Zudem besteht die Möglichkeit, dieses Rührsystem ohne Stromstörer zu betreiben. Weiter wird

> *Zitat: „beim Rührvorgang keine Luft eingezogen“* (Website der Fa. INOTEC [40],)

wodurch die Schaumbildung unterdrückt wird. In Anbetracht dieser Vorteile wäre dieses Rührsystem für Fermentationsprozesse mit beanspruchungsempfindlichen Zellen durchaus geeignet. Jedoch sind in diesem Zusammenhang keine signifikanten Untersuchungen (Partikelgrößenverteilungen, Fermentationsprozesse, etc.), die Aufschlüsse zu der Eignung bzw. den verursachten Beanspruchungen geben können, bekannt. Weiter erweist sich eine geometrische Charakterisierung der drei *„Rührerblätter“* bzw. *Verdränger* als schwierig, da die Rührerblatthöhe h und -breite b nicht wie in der Rührtechnik üblich (siehe u.a. Abbildung 4.3) definiert werden kann. In der Folge kann die Partikelbeanspruchung nicht ohne Weiteres mit der von HENZLER [33] überlieferten Gleichung 2.65 abgeschätzt werden. Die geometrischen Ausführungen der *„Rührerblätter“* der ViscoJet®-Rührer, welche von der Fa. HEIDOLPH (Best. Nr.: 509-16081-00 für $d = 80\ mm$ bzw. 509-16121-00 für

$d = 120\ mm$ aus dem Produktkatalog 2008 [29]) bezogen wurden, sind der Abbildung 4.4 und der Tabelle 4.4 zu entnehmen. Durch h_i wird der kleinere bzw. hintere[4] Kreisinnendurchmesser, durch h_a der vordere Kreisaußendurchmesser und durch b die *„Blattbreite“* beschrieben. Zudem sind die *„Blätter“* im Winkel $\alpha \approx 10°$ zum Reaktorboden geneigt. Um die Wirkung der produzierten Strömung dieses ViscoJet®-Rührers besser zu verstehen, sind zwei Rührerdurchmesser zum Einsatz gekommen. Somit ergeben sich Rührer- zu Behälterdurchmesserverhältnisse im DN200-Reaktor von $d/D = 0,4$ und $d/D = 0,6$ sowie $d/D = 0,3$ im Technikumsmaßstab (DN400-Reaktor). Dabei soll angemerkt werden, dass eine Systematik bezüglich der Rührer- und der Kreisinnendurchmesser nicht zu erkennen ist. Das wird durch die unterschiedlichen h_a/d, h_i/d und b/d-Werte in der Tabelle 4.4 gezeigt. Auch das Verhältnis der inneren Kreisfläche $A_i = \pi/4 \cdot h_i^2$ zur äußeren Kreisfläche $A_a = \pi/4 \cdot (h_a - 2 \cdot b_*)^2$ ist verschieden. So ist die vordere Kreisfläche (A_a) bei $d = 80\ mm$ etwa 1,9 und bei $d = 120\ mm$ etwa 2,4 mal größer als die hintere Kreisfläche (A_i).

Rührwellendurchmesser Die Rührwellendurchmesser ($d_W \neq d_{Ni}$) betrugen für die Rührer mit der Nr. $1-9$ jeweils $d_W = 16\ mm$ und für die ViscoJet®-Rührorgane $d_W = 10\ mm$ (Nr. $10 - 11$).

4.2 Leistungsmessungen

Die Antriebsleistung eines Rührwerkes P_M setzt sich aus der Rührleistung P, der Verlustleistung P_V infolge von Reibung und der Anfahrleistung P_A zusammen. Für den Betrieb solcher Rührmaschinen ist die Kenntnis der Antriebsleistung P_M elementar.

$$P_M = P + P_V + P_A \tag{4.1}$$

Diese Leistung wird primär durch die Geometrie ($\rightarrow$ Strömungswiderstand) und den Betrieb ($\rightarrow$ Drehfrequenz) der Rührorgane beeinflusst. Der Strömungswiderstand der Rührer wird im dimensionslosen Leistungseintrag, der NEWTONzahl (siehe Gleichung 2.3), zusammengefasst. An dieser Stelle soll angemerkt werden, dass für die Ermittlung der NEWTONzahl *nur* die Rührerleistung P zu verwenden ist. Um dies zu gewährleisten, wird die Leistung mithilfe des Drehmomentes[5] M_t im sich einstellenden „stationären“ Zustand bestimmt. Hierdurch wird die Anfahrleistung P_A in der Gleichung 4.1 eliminiert. Der Verlustleistung P_V wird durch die „doppelte“ Ermittlung des Drehmomentes Rechnung getragen. So wird das Drehmoment des in die Flüssigkeit eingetauchten Rührers mit

[4] Die Bezeichnung *hintere* bezieht sich auf die Rotationsrichtung des Rührers, d.h. das Fluid durchströmt den Rührer von der größeren, vorderen Kreisfläche zur kleineren, hinteren Kreisfläche.

[5] Drehmomentenmesstechnik: Bestimmung des Drehmomentes bzw. der Torsion durch Dehnmessstreifen

der in Luft („*Leermessung*“ *bzw.* „*Luftmessung*“) bestimmten Drehmonten-Kalibrierkurve korrigiert. Dabei ist auf gleiche Drehzahlbereiche zu achten.

$$P = \omega \cdot (M_{fluid} - M_{leer}) = 2 \cdot \pi \cdot N \cdot (M_{fluid} - M_{leer}) \tag{4.2}$$

Für die Messungen stand eine Drehmoment-Messwelle der Fa. HBM (Hoettinger Baldwin Messtechnik GmbH) vom Typ T34FN (Nenndrehmoment $M = 2\ Nm$) zur Verfügung. Weiterhin sind die Drehmomente mit einem Laborrührwerk der der Fa. IKA-Werke GmbH & Co. KG (IKAVISC MR-D1 Messrührer), welches mit einem $1-Nm$ Drehmoment Sensor der Fa. Bosch ausgestattet ist, ermittelt worden.

4.3 Messsysteme zur Erfassung der Partikelgröße

4.3.1 *FBRM*®-Technology

Messprinzip Zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilungen wurde eine Sonde mit der *Focused Beam Reflective Measurement*-Technology (nachfolgend *FBRM*®) der Fa. Mettler Toledo vom Typ *D600L* verwendet. Der Außendurchmesser der Sonde beträgt 19 mm bei einer Länge von 400 mm. Mit der Sonde sollen Fest/flüssig- sowie auch Flüssig/flüssig-Systeme messtechnisch bei beliebigen Phasenanteilen Inline zugänglich sein. Durch die Inline-Bestimmung werden Messfehler, welche durch die Probennahme und -vorbereitung (Verdünnung etc.) bei externen Messungen nicht ausgeschlossen werden können, vermieden. Allerdings können Partikel mit sehr glatten Oberflächen, wie sie bei Tropfen anzutreffen sind, mit dieser Messtechnik nur schwer detektiert werden (Biedermann [7], Gäbler [24]). Die Sonde zeichnet sich durch das Messen von kompletten Verteilungen mit Datenraten von mehreren Tausend Partikelmessungen pro Sekunde aus, was für die statistische Sicherheit der erhaltenen Verteilungen relevant ist.

Das Funktionsprinzip der Sonde ist in der Abbildung 4.5 dargestellt. Eine schnell rotierende, optische Linse fokussiert einen Laserstrahl auf eine Kreisbahn in der Nähe des Sondenfensters. Die Sendeoptik ist gleichzeitig Empfangsoptik und die Signale werden durch einen Strahlteiler voneinander getrennt. Somit werden die vor dem Sondenfenster befindlichen Partikel von dem Laserstrahl willkürlich überstrichen (siehe Abbildung 4.5). Unter der Voraussetzung, dass die Partikel das Laserlicht zurück in die Sonde reflektieren, kann im angeschlossenen Photomultiplier ein Intensitätssprung wahrgenommen werden. Wird die Dauer des reflektierten Signals mit der Rotationsgeschwindigkeit des Lasers multipliziert, erhält man die Sehnenlänge (engl. *Chord-Length* $\rightarrow$ C) eines Einzelpartikels. Der Messbereich ($0\ \mu m - n \cdot 1024\ \mu m$) wird durch die Rotationsgeschwindigkeit des Lasers $w_{Laser} = n \cdot 2\ m/s$ bestimmt. So kann mit der hier zur Verfügung stehenden Konfiguration

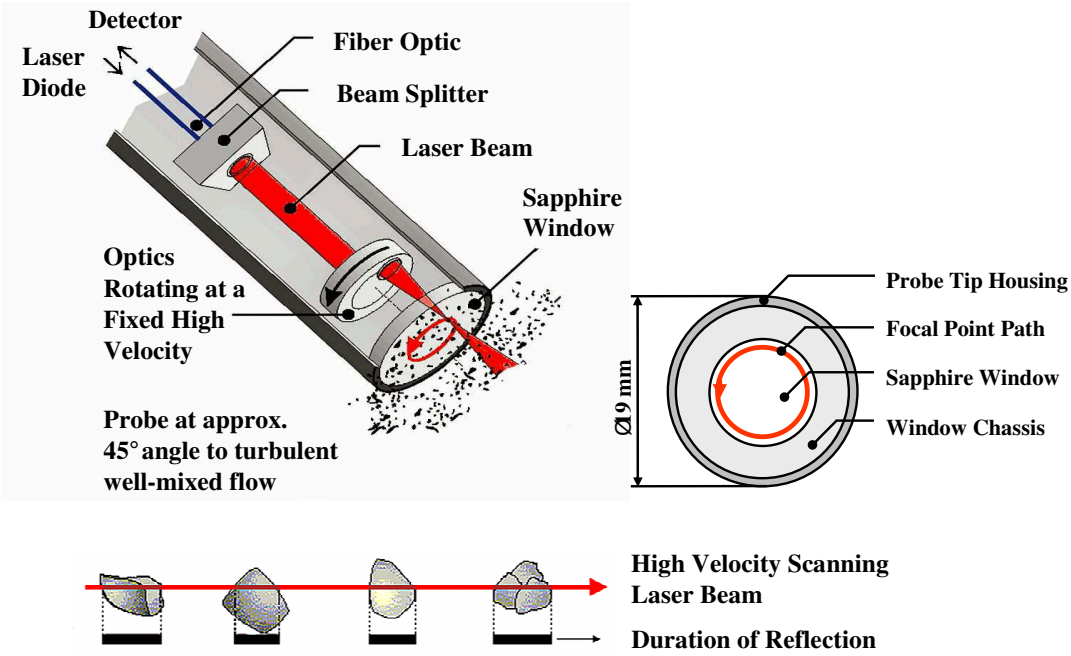


Abbildung 4.5: ***F**ocused **B**eam **R**eflectiv **M**easurement (FBRM®)-Technology* [59]

($n = 1$) ein Messbereich von 0 $\mu m - 1024$ μm abgedeckt werden[6]. Mit dem Durchmesser der Fokusbahn von etwa 10 mm ergibt sich eine Drehfrequenz von 65 Hz.

Der **Fokuspunkt** kann mittels einer Mikrometerschraube in die Sonde (-) oder in das Fluid (+) verschoben werden. Dabei hat sich die Positionierung des Fokuspunktes innerhalb der Sonde als vorteilhaft erwiesen. So fällt mit zunehmenden Partikelabstand zum Sondenfenster die zurückgestreute Lichtenergie (siehe beispielhaft Abbildung 4.6), was die Filterung von unerwünschten Messeffekten von Partikeln, die zu weit von der Sonde entfernt sind, ermöglicht. Infolge von umfangreichen, definierten Untersuchungen empfiehlt Worlitschek [95] eine Positionierung des Fokuspunktes direkt auf dem Sondenfenster. Für diese Arbeiten wurde die *Standardfokuspunkt-Position von* -20 μm gewählt (siehe Mettler-Toledo [59] oder auch Greaves et al. [27]).

Klassenwichtung Die detektierten Sehnenlängen werden in bis zu 500 Klassen, welche linear oder logarithmisch unterteilt sind, eingeordnet ($\rightarrow i = 0...500$). Mithilfe der mitgelieferten Software *Lasentec FBRM Data Review V 6.7.0* lassen sich die ermittelten Sehnenlängenverteilungen auswerten. Dafür steht ein Wichtungsfaktor γ für den jeweiligen Klassenmittelpunkt C_i zur Verfügung, um Veränderungen im Fein- (*Empfehlung*: 1/Längen-Wichtung) bzw. Grobanteil (*Empfehlung*: kubische Wichtung) besser zu erkennen. Für den Mittelwert der Sehnenlängenverteilung gilt:

[6] Es werden von der Fa. Mettler Toledo Konfigurationen von n=1, 2, 3, 4 angeboten [59].

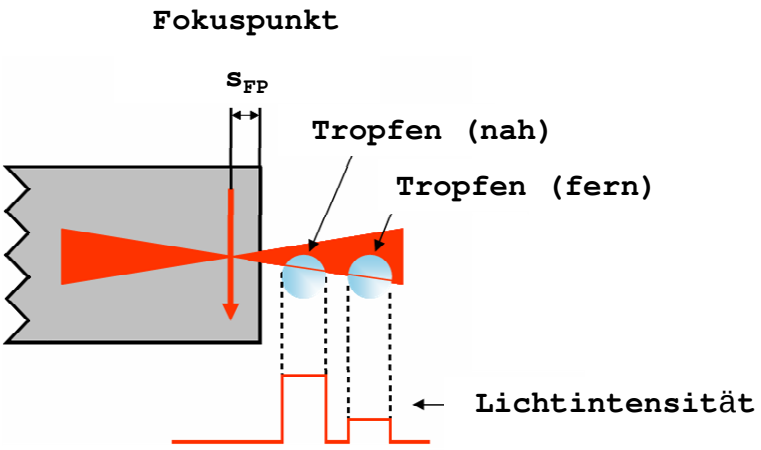


Abbildung 4.6: *Nutzung der Lichtintensität des reflektierten Laserstrahles*

$$\overline{C}_\gamma = \frac{\sum N_i \cdot C_i^{\gamma+1}}{\sum N_i \cdot C_i^{\gamma}} \tag{4.3}$$

mit

- $\gamma = -1$ für die 1/Längen-Wichtung,
- $\gamma = 0$ für keine Wichtung ($\rightarrow$ Anzahlverteilung Q_0),
- $\gamma = 1$ für eine Längen-Wichtung,
- $\gamma = 2$ für eine quadratische-Wichtung und
- $\gamma = 3$ für eine kubische-Wichtung ($\rightarrow$ Volumenverteilung Q_3).

Wird keine Wichtung verwendet ($\rightarrow \quad \gamma = 0$) vereinfacht sich die Gleichung 4.3 zum bekannten *arithmetischen Mittelwert*:

$$\overline{C}_0 = \frac{\sum N_i \cdot C_i}{\sum N_i}. \tag{4.4}$$

Dagegen führt eine quadratische Wichtung ($\rightarrow \quad \gamma = 2$) zu einem Ausdruck, welcher gleich dem Sauterdurchmesser (siehe Gleichung 2.36) ist:

$$\overline{C}_2 = \overline{C}_{32} = \frac{\sum N_i \cdot C_i^3}{\sum N_i \cdot C_i^2}. \tag{4.5}$$

4.3.2 Endoskopmesstechnik

Motivation Für eine Beurteilung der Partikelbeanspruchung in turbulenten Rührwerksströmungen sind die Sehnenlängenverteilungen bzw. deren Mittelwerte vollkommen ausreichend. Um jedoch einen Vergleich mit Literaturdaten bzw. mit Bruchmodellen (u.a.

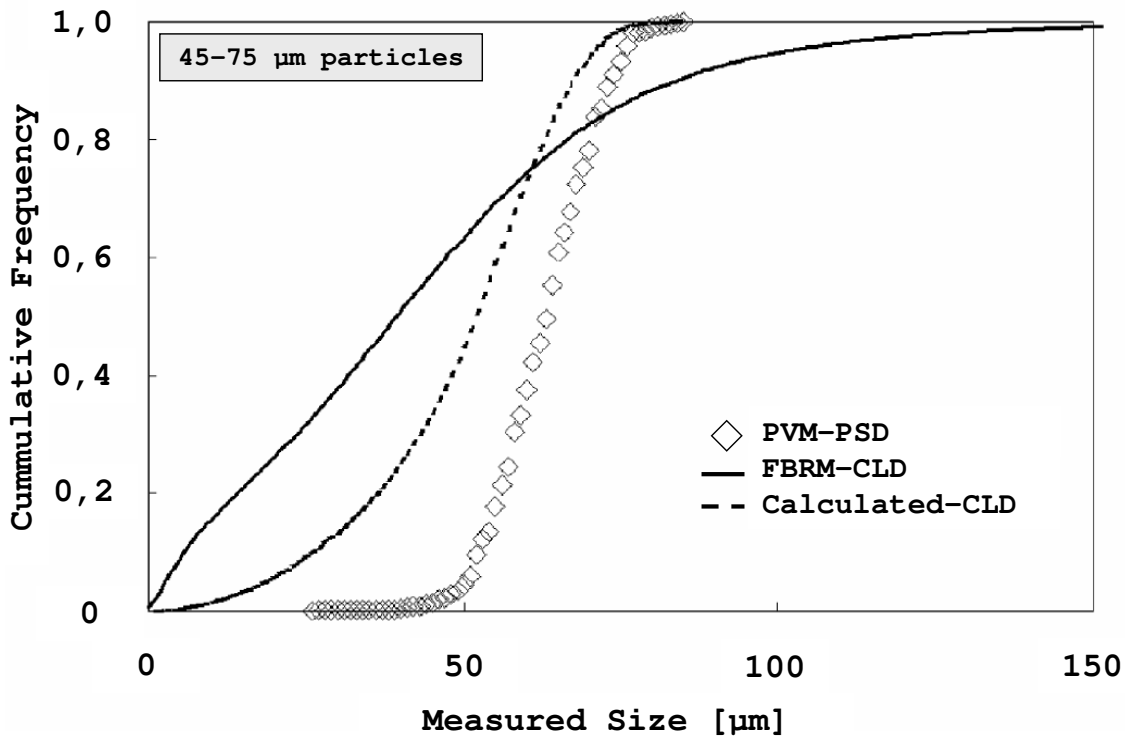


Abbildung 4.7: *Vergleich der gemessenen Partikelgrößenverteilung (PVM-PSD) mit der gemessenen (FBRM-CLD) und berechneten (Calculated-CLD) Sehnenlängenverteilung aus den Arbeiten von* Greaves *[27]*

Shinnar [75]) durchzuführen, ist der Sauterdurchmesser notwendig. Der Sauterdurchmesser wird auf der Grundlage der Tropfendurchmesser gebildet. Eine Berechnung des Sauterdurchmessers aus der Sehnenlängenverteilung ist für polydisperse Systeme sehr komplex (siehe Kempkes et al. [44], Worlitschek [95]). Doch selbst theoretisch abgeleitete Umrechnungen der Sehnenlängenverteilung $q(C)$ in eine Durchmesser- bzw. Partikelgrößenverteilung $q(d_p)$, wie z.B. von Greaves et al. [27]

$$q(C, d_P) = \frac{C}{d_P \sqrt{d_P^2 - C^2}} \; mit \; 0 < C < d_P \tag{4.6}$$

oder Schmidt [73], [74] publiziert, kann nicht angewandt werden. Dieser Fakt wird in den Arbeiten von Greaves et al. [27] bestätigt. So wurde die Partikelgrößenverteilung (*PVM-PSD*[7]) bestimmt und anhand der Gleichung 4.6 die entsprechende Sehnenlängenverteilung berechnet und mit der gemessenen Sehnenlängenverteilung (*FBRM-CLD*[8]) verglichen. Die Abbildung 4.7 verdeutlicht beispielhaft die qualitativen und quantitativen Unterschiede zwischen der berechneten und gemessenen Sehnenlängenverteilung. Zudem

[7] PVM©-particle video microscope der Fa. Mettler-Toledo; PSD - particle shape distribution
[8] *FBRM*®-focused beam reflective measurement der Fa. Mettler-Toleldo; CLD - chord length distribution

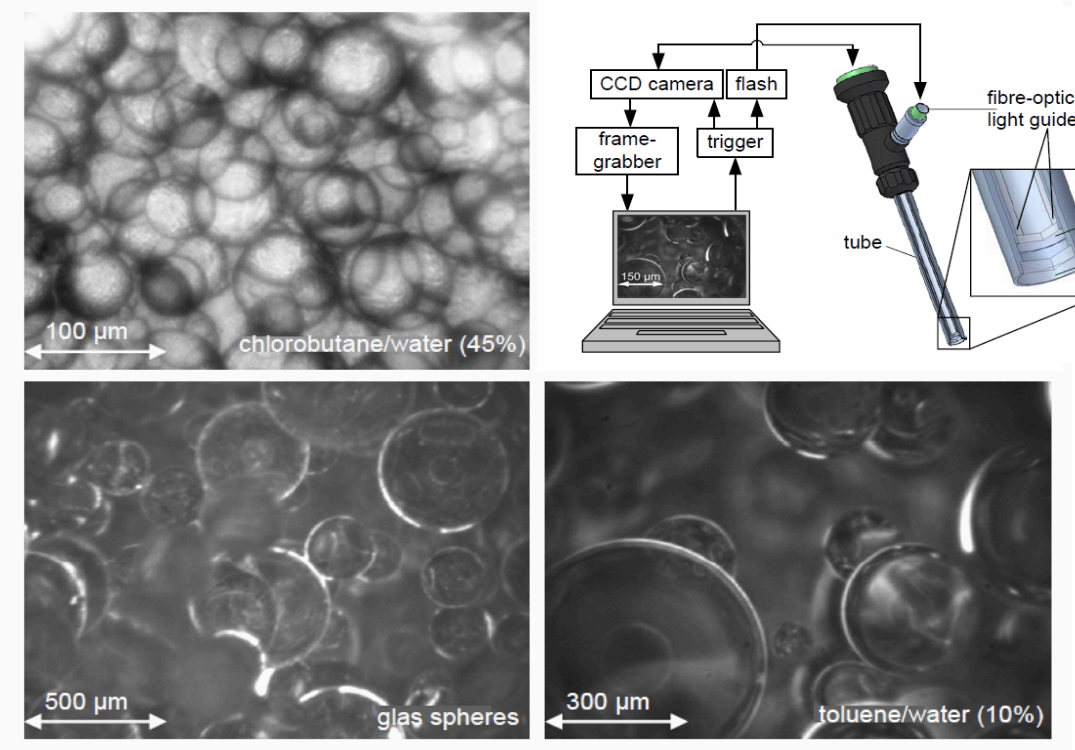


Abbildung 4.8: *Aufbau der Endoskopmesstechnik bestehend aus Endoskop mit übergestülpter Schutzhülle, CCD-Kamera, Framegrapper und PC sowie typischen Aufnahmen von Flüssig/flüssig-Systemen aus* Maass *et al. [57]*

zeigt die Sehnenlängenverteilung fälschlicherweise größere Partikel ($d_P > 150\ \mu m$ bei $d_{P,max} = 75\ \mu m$). Eine Ursache dafür können die Reflektionseigenschaften der Tropfen sein. So ist eine Zusammenfassung mehrerer Partikel zu einem denkbar, wodurch die Detektion der zu großen Partikel erklärbar wäre. Weiter können infolge der *glatten* Tropfenoberfläche die Partikel mehrfach detektiert werden. *Folglich müssen in der Gleichung 4.6 den Oberflächen- respektive den Reflektionseigenschaften der Tropfen ebenfalls Rechnung getragen werden.* Infolge dieser Komplexität wurde eine empirische *„Umrechnung“* bzw. *Kalibrierung* des *FBRM*®-Signals favorisiert. Dazu wurde ein Teil der Untersuchungen zum einen mit der *FBRM*®-Technology (→ Sehnenlängenverteilung) und zum anderen mit einer Endoskopmesstechnik (→ Tropfengrößenverteilung) im DN400-Reaktor durchgeführt. Für die Endoskopmessungen standen zwei Optionen zur Verfügung. Eine interne (Inline) und externe (Offline) Bestimmung der Tropfengrößen. Bei der internen Messung wurde das Endoskop im Reaktor installiert. Bei der externen Endoskopmessung wurde die Flüssigkeit undefiniert[9] aus dem Reaktor gepumpt und durch eine Messzelle, in der das Endoskop installiert war, geführt.

[9] Undefiniert infolge der Verwendung einer Wasserstrahlpumpe.

Messprinzip Um die Partikelgröße *Inline* in turbulenten Strömungen zu erfassen, wurde von RITTER [65], [66] an der TU-BERLIN ein Endoskop mit einer CCD-Kamera kombiniert (siehe auch ANGST [1], GÄBLER [24], MAASS et al. [57]). Damit ist es möglich, die komplette Partikelgrößenverteilung (Tropfen oder Feststoffpartikel wie z.B. Glaskugeln) auch bei sehr hohen Disperphasenanteilen ($\phi_d < 0,5$) zu ermitteln (siehe Abbildung 4.8). Um das sehr schmale Endoskop[10] einsetzen zu können, muss die Phasengrenzfläche erkennbar sein. Das bedeutet für ein Flüssig/flüssig-Modellstoffsystem, dass die Brechungsindizes der beiden Phasen entsprechend unterschiedlich sein müssen. Der Aufbau der Endoskopmesstechnik ist in der Abbildung 4.8 skizziert. Mittels eines starken und kurzen Lichtblitzes werden die Tropfen beleuchtet und das rückgestreute Licht von der CCD-Kamera registriert. Die Partikelgrößen können bei ausreichender Bildqualität vollautomatisch ansonsten semiautomatisch ausgewertet werden (siehe auch Abbildung 5.10).

[10] Das Schutzrohr des Endoskops hat einen Durchmesser von 7 mm. Im Vergleich dazu beträgt der Durchmesser der *FBRM*®-Sonde vom Typ *D600L* mehr als das Doppelte ($d = 19\ mm$).

5 Experimentelle Ergebnisse

5.1 Dimensionloser Leistungseintrag

Als dimensionslose Rührerleistung wird die NEWTONzahl bezeichnet, welche in der Regel mithilfe des Drehmomentes M_t und der Rührerdrehfrequenz N ermittelt wird (siehe auch Gleichung 2.3):

$$Ne = \frac{P}{\rho \cdot N^3 \cdot d^5 \rho} = \frac{2 \cdot \pi \cdot M_t}{\rho \cdot N^2 \cdot d^5}.$$

In der Abbildung 5.1 sind die NEWTONzahlen verschiedener Rührorgane als Funktion der REYNOLDSzahl dargestellt. Infolge des breiten REYNOLDSzahl-Bereichs sind die charakteristischen Abhängigkeiten erkennbar. Mit der höherviskosen Flüssigkeit (*Glycerinlösung* $\rightarrow \quad \eta_{20°C} \approx 1\ Pa \cdot s$) konnten im Labormaßstab (DN200) REYNOLDSzahlen kleiner als 100 erreicht werden. In diesem Bereich ist die NEWTONzahl proportional zur Rührerdrehfrequenz, das heißt die NEWTONzahl kann durch den Ansatz $Ne \propto Re^{-a}$ ($\rightarrow$ entspricht einer Geraden im doppelt-logarithmischen Diagramm) beschrieben werden. Jedoch ist der Exponent a für diesen Messbereich kleiner 1. Das bedeutet, dass der STOKES-Bereich, worin $Ne \cdot Re = const.$ gilt, nicht erfasst worden ist. Im niedrigviskosen Bereich (*Wasser* mit $\eta_{20°C} \approx 1\ mPa \cdot s \rightarrow \quad Re \geq 10 \cdot 10^4$) ist die NEWTONzahl in der Regel unabhängig von der REYNOLDSzahl und dementsprechend eine rührerspezifische Konstante ($Ne = const.$).

Da in dieser Arbeit die Partikelbeanspruchung in turbulenten Rührwerksströmungen thematisiert wird, sind im Folgenden die **turbulenten (konstanten) NEWTONzahlen** ($Re \geq$ 10.000...20.000) von Interesse. Zunächst ist anhand der Abbildung 5.1 erkennbar, dass mit steigendem Anstellwinkel der Rührerblätter die NEWTONzahl zunimmt: 3x24°-Schrägblattrührer $Ne = 0,34$; 4x45°-Schrägblattrührer $Ne = 1,27$ und 6-Blatt-Scheibenrührer $Ne = 3,75$. Folglich sind durch Radialrührer (hohe Anstellwinkel) im Vergleich zu Axialrührern (kleine Anstellwinkel) bei gleicher Rührerdrehfrequenz höhere Antriebsleistungen notwendig. Zudem wirken bei gleichen Leistungseinträgen ($\bar{\epsilon} = P/m = const.$) bei Radialrührern größere Drehmomente M_t, die stärkere Rührerwellen, Lager, etc. erfordern und letztlich die Investitionskosten erhöhen. Weiter verdeutlicht die Abbildung 5.1, dass die NEWTONzahl bei gleicher REYNOLDSzahl unabhängig von der Re-

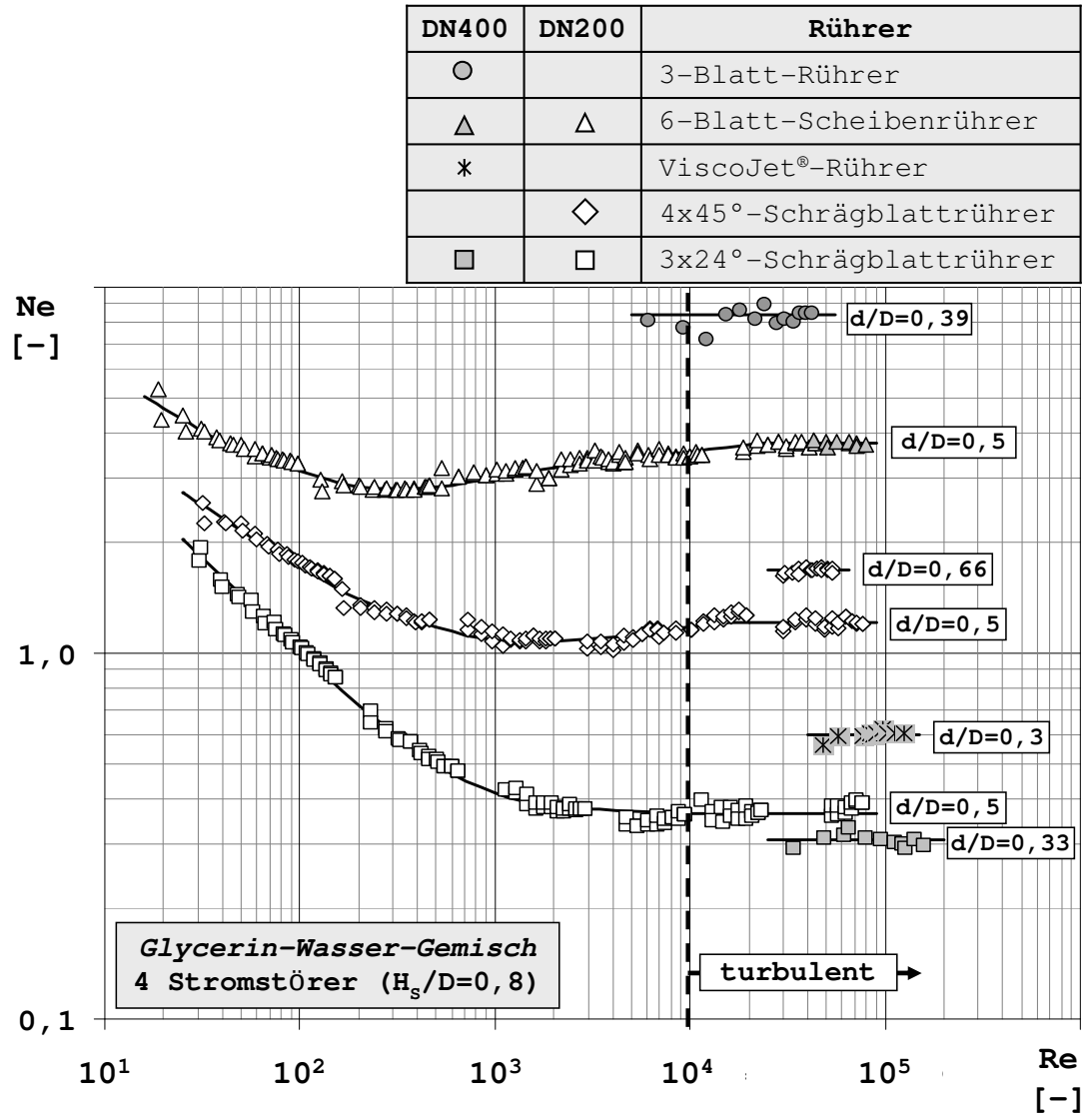


Abbildung 5.1: *Experimentell ermittelte Leistungscharakteristik für ausgewählte Rührorgane; 4 Stromstörer; $H/D = 1$*

aktorgröße ist. Demzufolge konnte für den 6-Blatt-Scheibenrührer (d/D=0,5) $Ne \approx 3,8$ in beiden untersuchten Reaktorgrößen gemessen werden. Im Vergleich dazu publizierte RITTER [66] für einen 6-Blatt-Scheibenrührer mit d/D=0,5 folgende NEWTONzahlen: $Ne = 4,1$ ($t = 2\ mm$) sowie $Ne = 3,9$ ($t = 5\ mm$). Somit sinkt die NEWTONzahl mit steigender Blattstärke, welche mithilfe des Rührerdurchmessers dimensionslos dargestellt werden kann $\rightarrow\ t/d$. In der Folge sind die eigenen Versuche ($t = 1/3/6\ mm$ bzw. $t/d = 0,01/0,03/0,06$ für DN200 und $t/d = 0,01$ für DN400) mit denen von RITTER [66] vergleichbar (siehe linke Darstellung in der Abbildung 5.2).

Die NEWTONzahl ist zudem stark von der Bewehrung, das heißt von der Art, Anzahl, Breite und Eintauchtiefe der verwendeten Stromstörer abhängig. Diese Abhängigkeit wur-

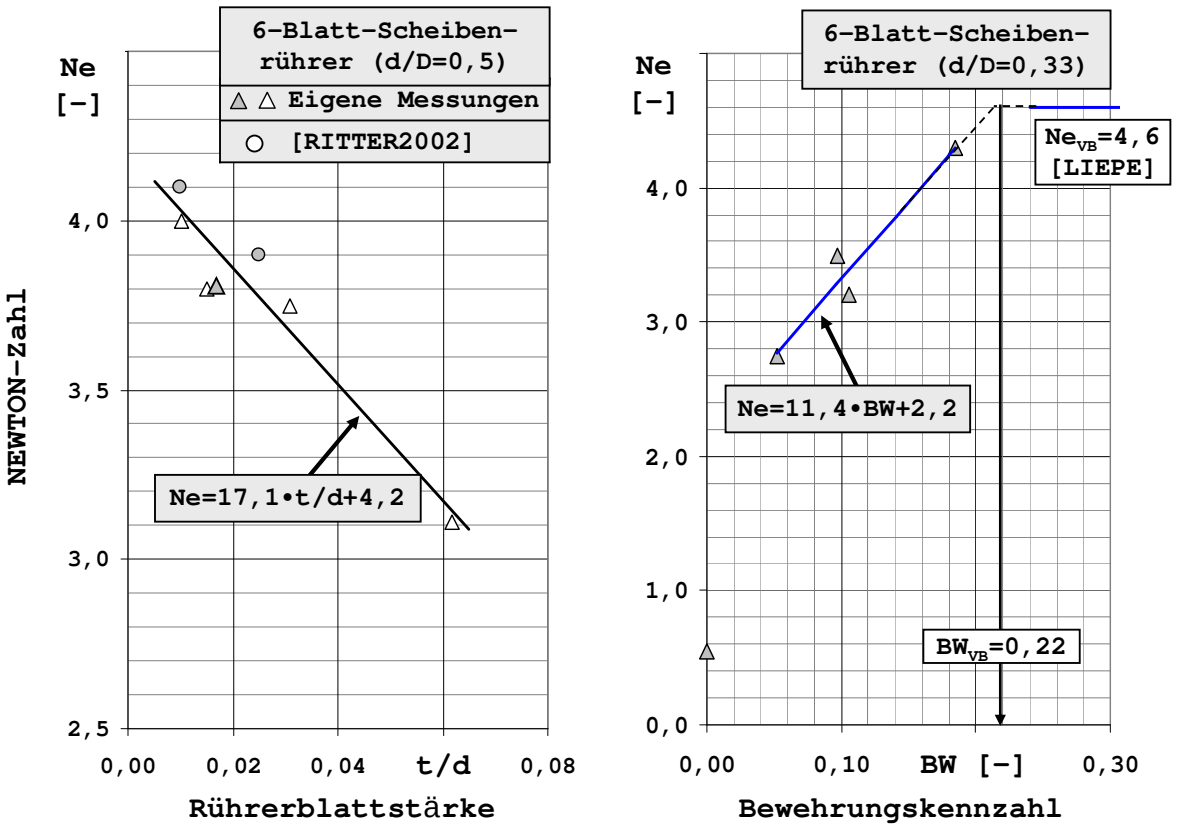


Abbildung 5.2: NEWTONzahl *als Funktion der Rührerblattstärke (linke Darstellung: 4 Flachstromstörer;* $H_S/D = 0,8$*; geschlossene Symbole* $\rightarrow$ *DN400 und offene Symbole* $\rightarrow$ *DN200) und der Bewehrungskennzahl (rechts);* $H/D = 1$

de von LIEPE [52] mithilfe der ***Bewehrungskennzahl*** quantifiziert:

$$BW = N_S^{0,8} \cdot \frac{B_S}{D} \cdot \frac{H_S}{D}. \tag{5.1}$$

Der Abbildung 5.2 ist zu entnehmen, dass mit steigender *Bewehrungskennzahl* die NEWTONzahl bis zu einem bestimmtem Punkt ansteigt und dann konstant ist. Der Anstieg ist annähernd linear (vgl. auch mit LIEPE [52]). Das bedeutet, dass eine bestimmte *Bewehrungskennzahl* notwendig ist, um die Strömung im Rührbehälter voll zu stören ($\rightarrow$ BW_{VB} siehe Schnittpunkt in der Abbildung 5.2). Für die eigenen Versuche mit einem 6-Blatt-Scheibenrührer (d/D=0,33) im Technikumsreaktor (DN400) wurde die erforderliche *Bewehrungskennzahl* zu $BW_{VB} = 0,22$ bestimmt. Dabei wurde die Stromstöreranzahl ($N_S = 2 - 4$), die Stromstörereintauchtiefe ($H_S/D = 0,4 - 0,8$) sowie die Stromstörerart (Flach- und Eckstromstörer[1]) variiert. Im Vergleich dazu hatte LIEPE [52] eine erforderliche *Bewehrungskennzahl* von $BW_{VB} = 0,24$ ermittelt (siehe Tabelle 5.1[2]).

[1] Für die Eckstromstörer kann die Breite B_S entsprechend der Abbildung 4.2 verwendet werden.

[2] Diese Tabelle verdeutlicht, dass mit großen Rührerdurchmessern sowie für Radialrührer höhere Be-

Tabelle 5.1: *Vollbewehrte* NEWTON*zahl sowie die erforderliche Bewehrungskennzahlen* BW_{VB} *für unterschiedliche Rührorgane (*LIEPE *[52])*

Rührer	d/D	Ne_{VB}	BW_{VB}
Propellerrührer	0,3	0,35	0,10
Propellerrührer	0,5	0,33	0,15
6x45°-Schrägblattrührer	0,26	1,8	0,15
6x45°-Schrägblattrührer	0,41	1,8	0,23
6-Blatt-Scheibenrührer	0,32	4,6	0,24
6-Blatt-Scheibenrührer	0,45	4,3	0,30

Dies entspricht folgender Stromstörerkonfiguration: 4 Flachstromstörer mit $B_S/D = 0,1$ und $H_S/D = 0,8$. Die hier verwendeten Stromstörer waren lediglich $B_S = 32\ mm$ breit ($B_S/D = 0,08 \rightarrow 0,19$), wodurch zu erkennen ist, dass eine Vollbewehrung noch nicht erreicht worden ist ($-12\ Prozent$). In der Folge ist die NEWTONzahl mit $Ne = 4,3$ etwas geringer als von LIEPE [52] angegeben ($Ne_{VB} = 4,6$). Ähnliche NEWTONzahlen für diesen Rührer sind auch von BALDI et al. [3]: $Ne = 4,1$ ($BW = 0,3$), RITTER [66]: $Ne = 4,0$ (d/D=0,3 sowie $BW \approx 0,19$) und SCHÄFER [69]: $Ne = 4,48$ ($BW \approx 0,23$) angegeben worden.

Zusammengefasst ist anhand des vorhandenen Versuchsaufbaus ($N_S = 4$, $B_S/D = 0,08$, $H_S/D = 0,8 \rightarrow BW = 0,19$) und der Tabelle 5.1 zu erkennen, dass diese von der *GVC* empfohlene Bewehrung nur für die 3x24°-Schrägblattrührer (d/D=0,33 und 0,5) und ggf. für die ViscoJet®-Rührer ausreichend ist. Demzufolge ist bei den restlichen Rührorganen keine *Vollbewehrung* vorhanden, was zu niedrigeren NEWTONzahlen führt. Vergleiche dazu den 6-Blatt-Scheibenrührer (d/D=0,45) mit $BW_{VB} = 0,3$ und $Ne_{VB} = 4,3$ in der Tabelle 5.1 und der eigenen ermittelten NEWTON-ZAHL mit $Ne = 3,8$ und $d/D = 0,5$ bei

$$BW = 0,19 = 0,63 \cdot BW_{VB}$$

in der Abbildung 5.1!

wehrungskennzahlen notwendig sind. Demzufolge genügen für einen Propellerrührer (d/D=0,3) bereits 2 Normstromstörer ($N_S = 2$; $B_S/D = 0,08$ und $H_S/D = 0,8$), wogegen für einen großen 6-Blatt-Scheibenrührer (d/D=0,45) vier deutlich breitere Stromstörer ($N_S = 4$; $B_S/D = 0,12$ und $H_S/D = 0,8$) notwendig sind.

5.2 Etablierung einer Beanspruchungsmesstechnik

5.2.1 Auswahl eines geeigneten Modellstoffsystems

Entscheidung für Fest/flüssig- oder Flüssig/flüssig-Modellstoffsystem Das vielfach zitierte Fest/flüssig-Modellstoffsystem (*Ton/Polymer-Flockensystem*: Biedermann [7] und Henzler [31], [32], [33], Hempel et al. [13], [14], [35], [36], [80], Pohlscheidt [63], [64], Tralles [84]) ist aus folgenden Gründen hinsichtlich der Messgenauigkeit bzw. des Einsatzbereichs benachteiligt. Eine weitreichende, *homogene* Verteilung (Suspendierung) der Flocken ist aufgrund der hohen Flockendichte limitiert, wodurch die Bestimmung des Vergleichsflockendurchmessers bei extrem geringen Leistungseinträgen mit Rührern, die ungünstige Suspendiereigenschaften aufweisen (z.B. Radialrührer), schwer zu realisieren ist. In aktuelleren Untersuchungen von Stinzing et al. [80] wird ein realistischer Messbereich für das Ton/Polymer-Flockensystem bei rührerinduzierter Beanspruchung von $P/V = 30 - 1.000\ W/m^3$ angegeben. Zusätzlich ist die *Dichte der Flockenstrukturen eine Funktion der Flockengröße, d.h. die Flockendichte sinkt mit steigender Partikelgröße.* Von Biedermann [7] wird ein Bereich für die Flockendichte von 2.600 kg/m^3 für $d_P = 10\ \mu m$ (Blautonpartikel) bis 1.320 kg/m^3 für $d_P = 468\ \mu m$ (Anfangsflockengröße) mitgeteilt.

Weiterhin ist wichtig zu erwähnen, dass Sehnenlängenverteilungen, wie sie mit der *FBRM*®-Technology gemessen werden, überaus sensibel auf die Partikelform reagieren (siehe Abbildung 5.3). So können durch Flocken, die keine eindeutigen Formen annehmen, schwer zu interpretierende Verteilungen entstehen (Heinrich [30], Worlitschek [95], [96]). Die Tropfen eines geeigneten *Flüssig/ flüssig-Modellstoffsystem sind in der Regel kugelförmig* und entsprechen daher eher der *Morphologie tierischer Zellen.* Ein weiterer Vorteil eines Flüssig/ flüssig-Modellstoffsystems ist die *Modellierung des Tropfenaufbruchs.* Infolge der Kenntnis von Ober- bzw. Grenzflächenspannungen können Tropfengrößen bestimmten turbulenten Schwankungsgeschwindigkeiten bzw. Energiedissipationen zugeordnet werden (siehe u.a. Liepe [52], Ritter [66], Shinnar [75]). Dagegen ist die *Scherstabilität* von Flocken von mehreren Faktoren abhängig und dementsprechend komplexer zu modellieren. Folglich wurde bei den Untersuchungen mit dem Ton/Polymer-Flockensystem die Schubspannung als Funktion der Flockengröße experimentell in einer Couette-Strömung kalibriert (Biedermann [7], Stinzing et al. [80]). Dieses Vorgehen sollte jedoch aufgrund der unterschiedlichen Strömungsarten kritisch hinterfragt werden.

Biedermann bzw. Henzler [7], [32], [33] führten auch Untersuchungen mit einem Flüssig/flüssig Modellstoffsystem[3] durch. Dabei teilen sie mit, dass die Tropfengrößen ex-

[3]Emulsion bestehend aus vollentsalztem Wasser, nichtionischem Tensid (0,2 Vol% Genaminox LAM der

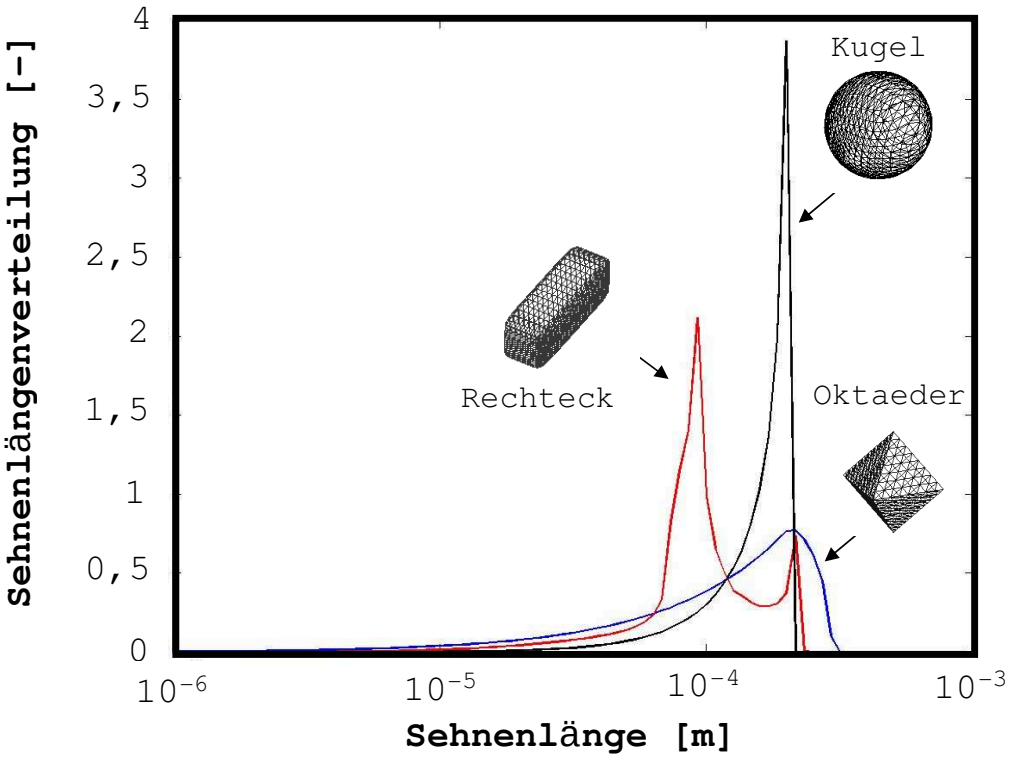


Abbildung 5.3: *Charakteristische Sehnenlängenverteilungen von Einzelpartikeln für unterschiedliche Partikelformen nach* WORLITSCHEK *[96]*

tern mit einem Mikroskop bestimmt worden sind, da die Tropfen nicht mit der *FBRM®*-Technology vermessen werden konnten. Ähnliche Aussagen sind auch von GÄBLER [24] gemacht worden. Eine Bestimmung der Tropfengrößen unter dem Mikroskop führt jedoch zu statistischen Unsicherheiten infolge der geringen Anzahl an ausgezählten Tropfen. Weiter können durch die Probennahme zusätzliche Beanspruchungen auftreten. Zusammengefasst bestand der Ausgangspunkt zu dieser Arbeit darin, dass ein Flüssig/ flüssig-Modellstoffsystem bevorzugt verwendet werden sollte. Die wichtigsten Anforderungen an das Flüssig/flüssig-Modellstoffsystem sind:

1. ***Geringe Dichtedifferenz*** *zwischen der dispersen und der kontinuierlichen Phase, um ein gleichmäßiges Verteilen der dispersen Phase auch bei niedrigen Leistungseinträgen zu gewährleisten.*

2. ***Inline-Partikelgrößenbestimmung*** *mithilfe der* FBRM®*-Technology (→ Messbereich:* $0,5\ \mu m < d_P < 1.000\ \mu m$*), um zusätzliche Beanspruchungen der Tropfen, die bei der Probennahme und -vorbereitung nicht ausgeschlossen werden können, zu*

Fa. CLARIANT GmbH) und Siliconöl PH (Baysilone-Öle P, Fa. BAYER AG mit $\rho = 1.060\ kg/m^3$ und $\eta = 400\ mPa \cdot s$)

vermeiden.

3. *Eine* ***entsprechende Sensibilität der Tropfen*** *gegenüber mechanischer Beanspruchungen (****Ziel: Untersuchungen bei*** $P/V < 30\ W/m^3$*) sowie*

4. *eine hohe* ***Reproduzierbarkeit*** *der Ergebnisse.*

5. *Weiterhin ist ein* ***sicherer Ausschluss der Rekoaleszenz****, was auch eine schnelle Stabilisierung der Tropfen implementiert und zur eindeutigen Bestimmung der Zerstörungskinetik notwendig ist, erforderlich.*

In der Folge wurde eigens für diese Arbeiten ein Flüssig/flüssig-Modellstoffsystem, welches den gestellten Anforderungen gerecht wurde, ausgewählt und charakterisiert. Das Modellstoffsystem besteht aus **vollentsalztem Wasser** (VE-Wasser), worin **ein wasserlösliches Tensid** gelöst ist, und einem **Kältemaschinenöl**.

5.2.2 Charakterisierung des Flüssig/flüssig-Modellstoffsystems

Turbulente Strömung Das vollentsalzte (VE)-Wasser (kontinuierliche Phase) gewährleistet Untersuchungen unter turbulenten Bedingungen bei den angestrebt niedrigen spezifischen Leistungseinträgen. Ab

$$Re = \frac{N \cdot d^2}{\nu} \approx 10.000$$

ist die Rührkesselströmung turbulent bzw. die NEWTONzahl konstant (vgl. mit Abbildung 5.1). Mit der kinematischen Viskosität von Wasser $\nu_{20°C} = 1,004 \cdot 10^{-6} m^2/s$ gilt $N \cdot d^2 = 0,01004\ m^2/s$. Durch die Kenntnis des Rührerdurchmessers d lässt sich die Mindestdrehfrequenz N und mit der bekannten NEWTONzahl (siehe Gleichung 2.3) der minimale Leistungseintrag ableiten. Dementsprechend kann für den DN200-Reaktor und einen langsam drehenden Scheibenrührer (d/D=0,5 & Ne=3,8) unter der Voraussetzung der turbulenten Strömung der mininmale Leistungseintrag $P/V_{min} \leq 7\ W/m^3$ berechnet werden. Analog dazu wird für den DN400-Reaktor eine theoretische Leistung von $P/V_{min} \leq 1\ W/m^3$ (6-Blatt-Scheibenrührer mit d/D=0,5 & Ne=3,8) bestimmt, um $Re = 10.000$ zu gewährleisten.

Dichtedifferenz und Viskosität Wie bereits oben erwähnt, wird eine geringe Dichtedifferenz angestrebt, um Analysen der Partikelbeanspruchung in gerührten Behältern bei spezifischen Leistungseinträgen von $P/V < 30\ W/m^3$ zu realisieren. Die auf dem Datenblatt angegebene Dichte des verwendeten **Kältemaschinenöls** (*Mobilöl EAL Arctic*

Tabelle 5.2: *Dichte und Viskosität des Modellstoffsystems*

Temperatur [°C]	$\rho_{VE-Wasser}$[87] $[kg/m^3]$	$\rho_{\text{EAL-Öl}}$ $[kg/m^3]$	$\Delta\rho$ $[kg/m^3]$	η $[mPa \cdot s]$
15	999,1	993,4	5,7	73,6
20	**998,2**	**989,5**	**8,7**	**56,0**
25	997,1	985,7	11,3	45,4
30	995,7	981,8	13,9	k.A.

Series 22 der Fa. Exxon Mobil nachfolgend *EAL-Öl*) ist mit $\rho_{15°C} = 1,0\ kg/L$ geringfügig höher als die Dichte von Wasser $\rho_{15°C} = 0,9991\ kg/L$. Eine exakte Bestimmung der Dichten auch in Abhängigkeit zur Temperatur erfolgte mit einem Biegeschwinger vom Typ *DE-40* der Fa. Mettler-Toledo. Für den Temperaturbereich $T = 15°C - 30°C$ gilt näherungsweise:

- $\rho_{VE-Wasser}[kg/m^3] = -0,2302 \cdot T[°C] + 1002,7$
- $\rho_{\text{EAL-Öl}}[kg/m^3] = -0,772 \cdot T[°C] + 1004,97$ und
- $\Delta\rho[kg/m^3] = 0,5418 \cdot T[°C] - 2,288$.

Anhand der experimentellen Resultate in der Tabelle 5.2 ist zu erkennen, dass die Dichtedifferenz mit steigender Temperatur zunimmt. Daher sind für geringe Dichtedifferenzen niedrige Temperaturen von Vorteil. Jedoch führen niedrige Temperaturen zu höheren Viskositäten des EAL-Öls, welche die Tropfensensibilität gegenüber der hydrodynamischen Beanspruchungen reduziert. Die dynamische Viskosität wurde mit einem Rheometer vom Typ *Physica MCR 301* der Fa. Anton Paar für den Scherratenbreich $\dot{\gamma} = 10\ s^{-1} - 100\ s^{-1}$ zu:

$$\eta[mPa \cdot s] = 956,148 \cdot T[°C]^{-0,947}$$

für $T = 15°C - 25°C$ bestimmt. Dabei zeigte das EAL-Öl eindeutig newtonsches Fließverhalten. In Anbetracht dieser Fakten *wurde eine Versuchstemperatur von* $T = 20°C$ *gewählt* ($\rightarrow \Delta\rho \approx 9\ kg/m^3$; $\eta = 56,0\ mPa \cdot s$).

Grenzflächenaktive Substanz Das nichtionische Tensid *Triton X-100* (CAS-NR. 9002-93-1) soll die Tropfen gegen Koaleszenz stabilisieren. Dies ist eine Voraussetzung für eine gezielte Analyse der Tropfenbeanspruchung bzw. des Tropfenaufbruchs. Nach dem Modell von Shinnar [75] gilt: $d_{32} \propto \gamma^{0,6}$ (siehe Gleichung 2.54), wodurch deutlich wird, dass geringe Grenzflächenspannungen zu kleineren Tropfen führen.

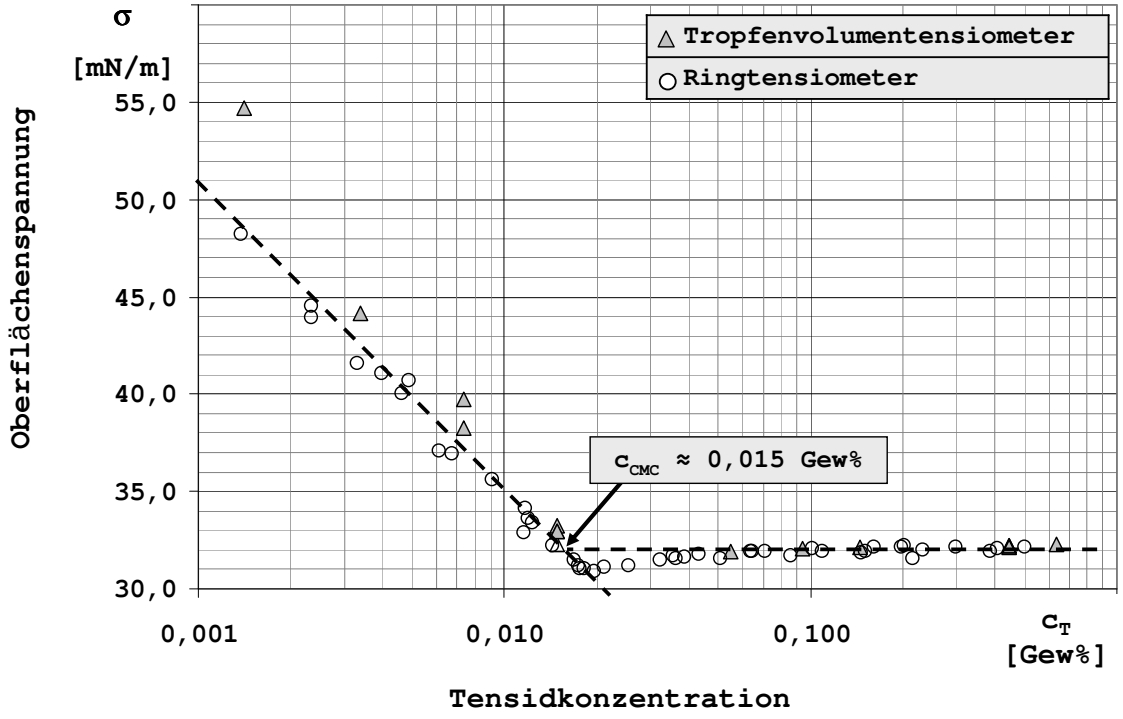


Abbildung 5.4: *Oberflächenspannung in Abhängigkeit der Tensidkonzentration (Triton X-100) bei T=20°C*, Mizellbildungskonzentration $c_{CMC} = 0,015\ Gew\%$

Weiterhin hat sich herausgestellt, dass durch die Verwendung des Tensids die Detektion der Tropfen mit der *FBRM*®-Technology erst möglich geworden ist. In diesem Zusammenhang erwähnt GÄBLER [24] in seiner Arbeit, dass trotz intensiver Bemühungen keine Bestimmung der Partikelgrößen mit der *FBRM*®-Technology in reinen Flüssig/flüssig-Systemen gelungen ist. Dies kann auf die Problematik der *glatten* Tropfenoberflächen zurückgeführt werden (siehe auch MAASS et al. [57]). Durch die Anlagerung von Partikeln in der Grenzfläche respektive der Tropfenoberfläche, z.B. durch grenzflächenaktive Substanzen (Tenside) oder andere Partikel (z.B. Titandioxid), können die Tropfenoberflächen *aufgeraut* werden. In der Folge wird die Rückstreuung des Laserstrahls verbessert und damit der Einsatz der *FBRM*®-Technology für derartige Flüssig/flüssig-Systeme möglich.

Die Oberflächenspannungen (Fluid gegen Luft) der Tensidlösungen wurden mit einem Ringtensiometer der Fa. LAUDA sowie einem Tropfenvolumentensiometer vom Typ *TVT2* der Fa. LAUDA ermittelt. Ab einer Tensidkonzentration von $c_T = 0,015\ Gew\%$[4] ändert sich die Oberflächenspannung nicht mehr, was auf die Bildung von Mizellen zurückzuführen ist (siehe Abbildung 5.4). Diese Konzentration wird als *Mizellbildungskonzentration* (c_{CMC} - Critical Mizell Concentration) bezeichnet und mithilfe der beiden Geraden in der Abbildung 5.4 ermittelt. Das leichte *Unterschwingen* der Oberflächenspannung im

[4]Berechnung der Massenkonzentration wie folgt: $c_T = \frac{m_T}{m_T + m_W} \cdot 100\%$

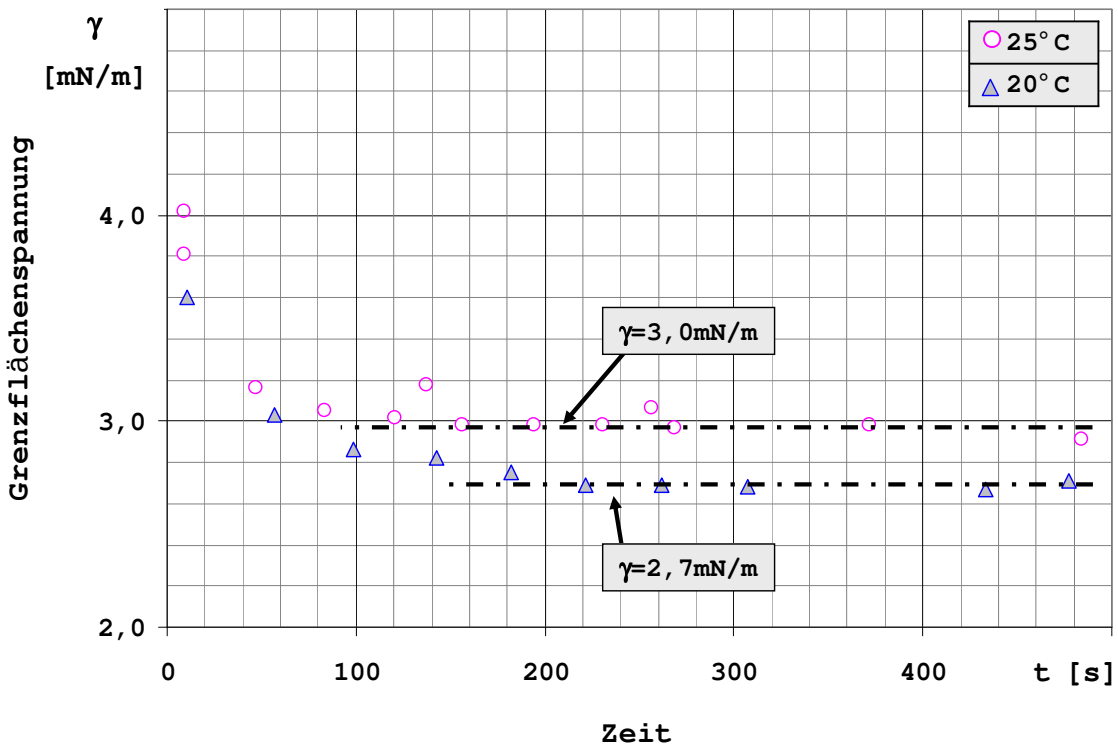


Abbildung 5.5: *Grenzflächenspannung (Tensidlösung mit $c_T = 0,15$ Gew% und EAL-Öl) als Funktion der Zeit*

Bereich $0,015\ Gew\% \leq c_T \leq 0,05\ Gew\%$ kann mit Unreinheiten des Tensids erklärt werden (siehe auch TCHACHNIKOVA [83]). Damit die Tropfen der dispersen Phase stabilisiert werden können, ist eine Tensidkonzentration zu wählen, die größer als die *Mizellbildungskonzentration* ist. Demzufolge wurde für die weiteren Untersuchungen eine deutlich höhere Tensidkonzentration von $c_T \approx 10 \cdot c_{CMC} = 0,15\ Gew\%$ gewählt (vgl. auch mit KARBSTEIN [43]).

Weiter ist die Geschwindigkeit respektive die Zeit, mit der die Phasengrenzfläche (*Öl-Tensidlösung*) belegt wird, von Bedeutung (siehe KARBSTEIN [43]). Falls die Tensidmoleküle die Phasengrenzfläche nur sehr langsam belegen, besteht die Möglichkeit, dass die bereits aufgebrochenen Tropfen wieder koaleszieren. In der Folge wären die gemessenen Tropfengrößenverteilungen nicht repräsentativ für die Partikelbeanspruchung. Die Stabilisierungsgeschwindigkeit unterschiedlicher Stoffsysteme kann zum Beispiel mit einem Tropfenvolumentensiometer (*TVT2* der Fa. LAUDA) bestimmt werden. Die Messwerte in der Abbildung 5.5 zeigen, dass die Grenzflächenspannung bereits nach wenigen Sekunden sehr niedrig ist: $\gamma < 4\ mN/m$. Nach etwa 100 Sekunden wird ein stationärer Endwert angenähert. Dabei gilt für die Grenzflächenspannung: $\gamma_{20°C} = 2,7\ mN/m$ bzw. $\gamma_{25°C} = 3,0\ mN/m$. ***Diese sehr niedrigen Grenzflächenspannungen sind ähnlich den Membranspannungen bei tierischen Zellen***, *die von* DINHOF *[17] zu*

$\sigma = 0,5 - 3\ mN/m$ *quantifiziert worden sind.* Von KARBSTEIN [43] wurden Stoffsysteme mit ähnlich niedrigen Grenzflächenspannungen untersucht ($\gamma = 2,5 - 7,3\ mN/m$), jedoch waren die Dichtedifferenzen zwischen dem Öl und der Tensidlösung für die hier geplanten Versuche ungeeignet. Weiter wurden die Daten von KARBSTEIN [43] verwendet, um das eigene Stoffsystem bezüglich der Stabilisierungsgeschwindigkeit zu charakterisieren. So benötigte ein sehr schnelles Stoffsystem bei KARBSTEIN [43] etwa 100 Sekunden bei $25°C$ zur vollständigen Belegung der Phasengrenzfläche ($\rightarrow$ stationäre Grenzflächenspannung). In der gleichen Größenordnung befindet sich das eigene Modellstoffsystem, welches ebenfalls annähernd 100 Sekunden bei $T = 25°C$ für die Belegung der Phasengrenzfläche benötigt (siehe Abbildung 5.5). Demzufolge kann auch das eigene Stoffsystem als *„schnell"* eingestuft werden. Dagegen hat ein langsames Stoffsystem bei KARBSTEIN [43] nach 50 Sekunden eine Grenzflächenspannung von $\gamma = 15\ mN/m$ und nach 1.000 Sekunden $\gamma = 3,5\ mN/m$. *Dies soll zeigen, dass das gewählte Flüssig/ flüssig-Modellstoffsystem, welches bereits nach* 20 *Sekunden eine Grenzflächenspannung von* $\gamma < 4\ mN/m$ *besitzt, die aufgebrochenen Tropfen sehr schnell gegen Koaleszenz stabilisiert.*

5.2.3 Voruntersuchungen mit der *FBRM*®-Technology

Sensibilität der Tropfen hinsichtlich der mechanischen Beanspruchung Die Voruntersuchungen wurden in dem DN194-Reaktor durchgeführt. Dazu wurde das VE-Wasser in dem Rührbehälter vorgelegt und die entsprechende Menge Tensid darin gelöst. Das Öl wird zu Versuchsbeginn bei eingeschaltetem Rührwerk zugegeben. Dabei hat sich herausgestellt, dass das Öl über einen Trichter, der oberhalb der Fluidoberfläche bei $|x|/D = 0,5$ und $|x/z| = 1$, d.h. zwischen den Stromstörer befestigt ist, in die Tensidlösung gegeben werden sollte. Wird der Trichter in die Flüssigkeit eingetaucht oder das Öl vor Versuchsbeginn auf der Oberfläche vorgelegt, bildet das Öl eine zusammenhängende Phase, welche bei den geringen Leistungseinträgen ($P/V < 20\ W/m^3$) nicht von der Fluidoberfläche abgesaugt wird. Durch die Verwendung des Trichters fließt das Öl in die Tensidlösung und es bilden sich unterhalb der Fluidoberfläche rasch Tröpfchen aus. Diese Tröpfchen sind mit etwa $d_P = 2 - 3\ mm$ klein genug, um durch den Rührer im Reaktor fein verteilt zu werden.

In der Abbildung 5.6 ist ein Versuch mit einem 3x24°-Schrägblattrührer bei drei verschiedenen Drehfrequenzen gleichbedeutend mit drei spezifischen Leistungseinträgen dargestellt. Zu Beginn ist ein Anstieg des Mittelwerts erkennbar, da die Tropfen zunächst sehr groß sind ($d_P > 1\ mm$) und daher erst durch die Beanspruchung im Rührkessel in den Messbereich der Sonde ($d_P = 0,5 - 1.000\ \mu m$) gelangen. Nachdem dies geschehen ist, fällt der Mittelwert innerhalb der ersten 30 min steil ab, um daraufhin einem cha-

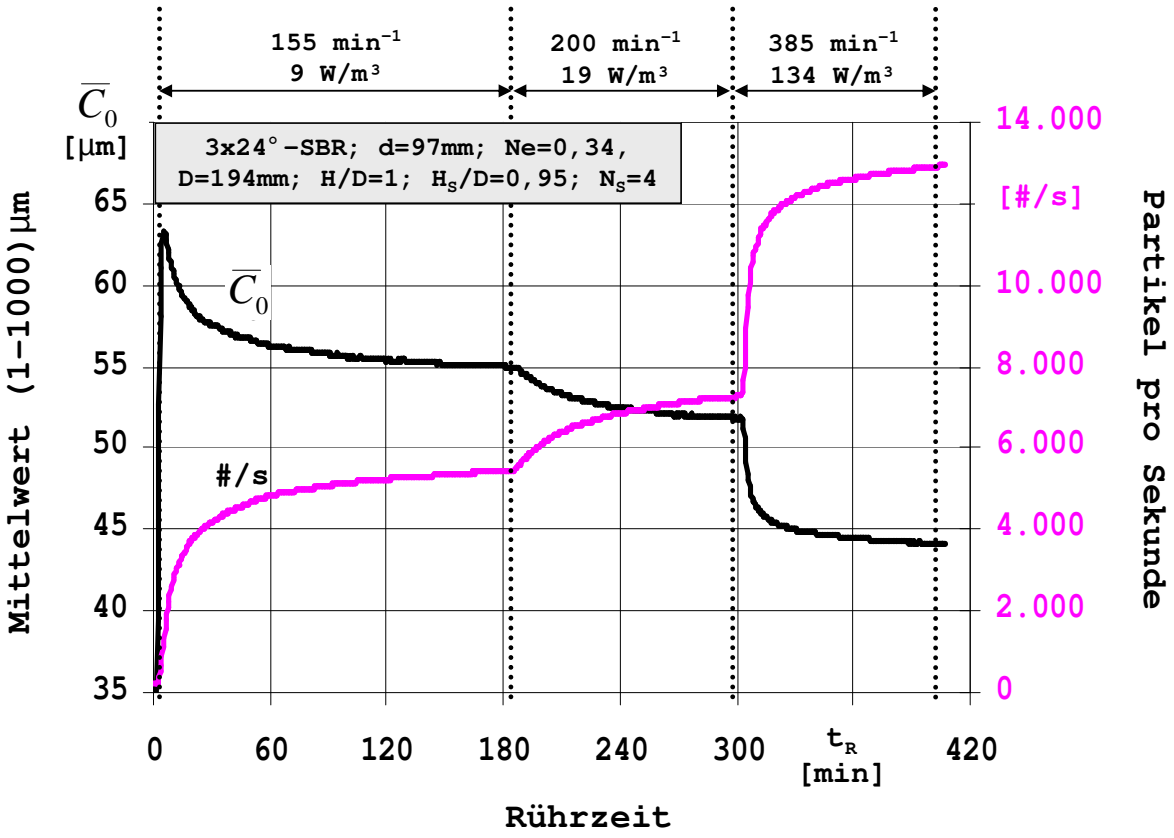


Abbildung 5.6: *Mittelwert der Sehnenlängenverteilung* $\overline{C}_0$ *als Funktion der Rührzeit* t_R *bei 20°C,* $c_T = 0,15$ *Gew%,* $c_{Öl} = 1,0$ *Gew%*

rakteristischen Wert anzustreben. Eine Erhöhung der Drehfrequenz hat eine verstärkte Beanspruchung der Tropfen zur Folge, was anhand der abnehmenden Mittelwerte und der gleichzeitigen Zunahme der *Anzahl der Partikel pro Sekunde* $\#/s$ sichtbar ist. Trotz der geringen Änderung der Drehfrequenz ($N = 155 \rightarrow 200\ min^{-1}$) sind signifikante Änderungen wahrnehmbar. Nach weiteren 2 h Rührzeit wurde die Drehzahl erneut erhöht ($N = 200 \rightarrow 385\ min^{-1}$) und folgerichtig verringert sich der Mittelwert bei gleichzeitigem Anstieg der detektierten *Partikel pro Sekunde* $\#/s$. Es ist wieder ein steiler Abfall des Mittelwerts bzw. Anstieg der *Partikel pro Sekunde* innerhalb der ersten Minuten zu beobachten. Die Verringerung des Mittelwertes innerhalb von 15 min ($t_R = 105\ min - 120\ min$) ist bei $N = 155\ min^{-1}$ mit $\Delta\overline{C}_0 = 0,17\ \mu m$ sehr gering. Nach etwa 3 h Rührzeit ($t_R = 165\ min - 180\ min$) ist die Änderung mit $\Delta\overline{C}_0 = 0,002\ \mu m$ nochmals deutlich kleiner. Bei höheren Drehfrequenzen wird infolge des größeren Umwälzstromes eine zügigere Beanspruchung erwartet. So kann für $N = 385\ min^{-1}$ nach 2 h Rührzeit eine Änderung von bereits $\Delta\overline{C}_0 = 0,12\ \mu m$ statt der $\Delta\overline{C}_0 = 0,17\ \mu m$ bei $N = 155\ min^{-1}$ ermittelt werden. Diese Werte führen zu Gradienten von $\Delta\overline{C}_0/t < 0,011\ \mu m/min$ nach einer Versuchszeit von $t_R = 2\ h$. *Es kann zunächst festgehalten werden, dass für* $t_R > 2\ h$

Tabelle 5.3: *Ausgewählte Vergleichsparameter der Sehnenlängenverteilung aus der Abbildung 5.6: 90 logarithmisch aufgeteilte Klassen für den Messbereich* $d_p = 1 - 1000\mu m$

Drehzahl	N	$[min^{-1}]$	155	200	385
spez. Leistung	P/V	$[W/m^3]$	9	19	134
Median	C_M	$[\mu m]$	48,7	45,5	38,3
Mittelwert	$\overline{C}_0$	$[\mu m]$	55,0	51,8	44,1
Mittelwert	$\overline{C}_2$	$[\mu m]$	93,2	91,0	82,0
Mittelwert	$\overline{C}_3$	$[\mu m]$	118,9	116,5	105,5
Klasse 1	$(1-22)\mu m$	$[\#/s]$	423	731	2264
Klasse 2	$(22-43)\mu m$	$[\#/s]$	1656	2528	5450
Klasse 3	$(43-86)\mu m$	$[\#/s]$	2655	3196	4203
Klasse 4	$(86-251)\mu m$	$[\#/s]$	702	824	1023
Gesamt	$(1-1000)\mu m$	$[\#/s]$	5438	7282	12941
Klasse 1	$(1-22)\mu m$	$[\%]$	7,8	10,0	17,5
Klasse 2	$(22-43)\mu m$	$[\%]$	30,5	34,7	42,1
Klasse 3	$(43-86)\mu m$	$[\%]$	48,8	43,9	32,5
Klasse 4	$(86-251)\mu m$	$[\%]$	12,9	11,3	7,9

die Partikelgrößenverteilung als quasi stationär betrachtet werden können (vgl. auch Abbildung 5.7)[5].

In der Tabelle 5.3 sind ausgewählte Parameter der Verteilungen kurz vor einem Drehfrequenzwechsel bzw. am Ende des Versuchs zusammengefasst. Durch die Steigerung der Drehfrequenz nehmen der Median C_M und die Mittelwerte ($\overline{C}_0$ $\overline{C}_2$, $\overline{C}_3$) ab. Dagegen steigt die Anzahl der detektierten Partikel in allen Klassen an, jedoch zeigt die Berechnung der prozentualen Anteile der einzelnen Klassen, dass sinnvollerweise der Anteil der größeren Partikel $(43-251)\mu m$ abnimmt und der Anteil der kleineren Partikel $(1-43)\mu m$ steigt. So ist eine Verdoppelung des Feinanteils zu vernehmen. Weiter ist zu erkennen, dass *keine* Partikel bzw. Sehnenlängen größer als 251 μm vorhanden sind. Dies ist ein wichtiger Punkt bei der Bewertung dieser Messergebnisse, da somit alle detektierten Partikel bei eben diesen geringen Leistungseintrag eindeutig im Messbereich der verwendeten *FBRM*®-Technology vorzufinden sind (Messbereich: $d_P < 1.000\ \mu m$). *Hierdurch wird verdeutlicht, dass die Sensibilität des Modellstoffsystems gegenüber geringen mechanischen Beanspruchungen (z.B.* $9\ W/m^3 \rightarrow 19\ W/m^3$*) gegeben ist.*

[5] Siehe ausführlicher im Abschnitt *Abbruchkriterium bzw. erforderliche Rührzeit*

Ausschluss von Koaleszenzvorgängen Der Massenanteil des Öls wurde so gering wie möglich gewählt, um ein Koaleszieren der aufgebrochenen Tropfen zu erschweren (siehe u.a. RITTER [66]). Jedoch sind bei sehr geringen spezifischen Leistungseinträgen stärkere Schwankungen des Mittelwertes $\overline{C}_0$ wahrgenommen worden, die durch eine Erhöhung des Massenanteils von $0,5\ Gew\%$ auf $1,0\ Gew\%$ sichtlich reduziert werden konnten (siehe 3x24°-Schrägblattrührer bei $N = 155\ min^{-1}$ in Abbildung 5.7). Eine gleichzeitige Abnahme der Tropfengröße mit steigendem Phasenanteil verdeutlicht, dass der Vergleich der Dispergiereigenschaften verschiedener Rührorgane nur unter konstanten Modellstoffsystembedingungen (c_T, $c_{\text{Öl}}$, Temperatur etc.) sinnvoll ist.

Eine erfolgreiche Stabilisierung der Tropfen gegen Koaleszenz konnte durch entsprechende Versuche nachgewiesen werden. Zu diesem Zweck wurde die produzierte Emulsion nach Abschluss des Versuchs für mehr als 12 Stunden ungerührt stehen gelassen, um daraufhin die Sehnenlängenverteilung erneut zu bestimmen. Die Trübung der Emulsion durch die feinen Tröpfchen war auch nach den 12 Stunden Stillstand noch vorhanden, sodass nach dem Einschalten des Rührwerks bei etwas geringerer Drehfrequenz wie am Vortag die gleiche Verteilung erzielt werden konnte: Mittelwert $\overline{C}_0 = 48,6\ \mu m$ und Anzahl aller detektierten Partikel pro Sekunde $\#/s\ (1-1000)\mu m = 9.705$ nach Versuchsende bzw. $\overline{C}_0 = 47,6\ \mu m$ und $\#/s\ (1-1000)\mu m = 9.483$ nach 12 h Stillstand. Auch bei einem weiteren Versuch wurde die erfolgreiche Stabilisierung bestätigt: Mittelwert $\overline{C}_0 = 45,6\ \mu m$ und Anzahl aller detektierten Partikel pro Sekunde $\#/s\ (1-1000)\mu m = 11.874$ nach Versuchsende bzw. $\overline{C}_0 = 44,6\ \mu m$ und $\#/s\ (1-1000)\mu m = 11.778$.

Beanspruchung durch verschiedene Rührorgane Anschließend sind weitere Untersuchungen mit dem 3x24°-Schrägblattrührer (d/D=0,5; Ne=0,34) und vergleichend mit einem 6-Blatt-Scheibenrührer (d/D=0,5, Ne=3,75) durchgeführt worden (siehe Abbildung 5.7). Dabei sollte geklärt werden, ob mit dieser Methode die unterschiedlichen Beanspruchungen beim Einsatz verschiedener Rührer gemessen werden können. Es stellte sich heraus, dass bei gleicher Rührerdrehfrequenz ($N = 155\ min^{-1}$) und infolge der gleichen Durchmesser auch konstanten Rührerumfangsgeschwindigkeit ($w_{tip} = 0,79\ m/s$) der 6-Blatt-Scheibenrührer kleinere Tropfen als der 3x24°-Schrägblattrührer produziert. Allerdings ist dabei der Leistungseintrag des 6-Blatt-Scheibenrührers mit $N = 155\ min^{-1} \rightarrow P/V = 96\ W/m^3$ etwa 11mal größer als der des 3x24°-Schrägblattrührers. Hierdurch ergibt sich ein weiterer Vergleich, nämlich bei etwa gleichem Leistungseintrag (6-Blatt-Scheibenrührer: $N = 155\ min^{-1}$, $P/V = 96\ W/m^3$ vs. 3x24°-Schrägblattrührer: $N = 385\ min^{-1}$, $P/V = 134\ W/m^3$). Es zeigt sich eine höhere Partikelbeanspruchung des 3x24°-Schrägblattrührers bei gleichem Leistungseintrag im Vergleich zum 6-Blatt- Scheibenrührer. *Zusammengefasst heißt das, dass bei*:

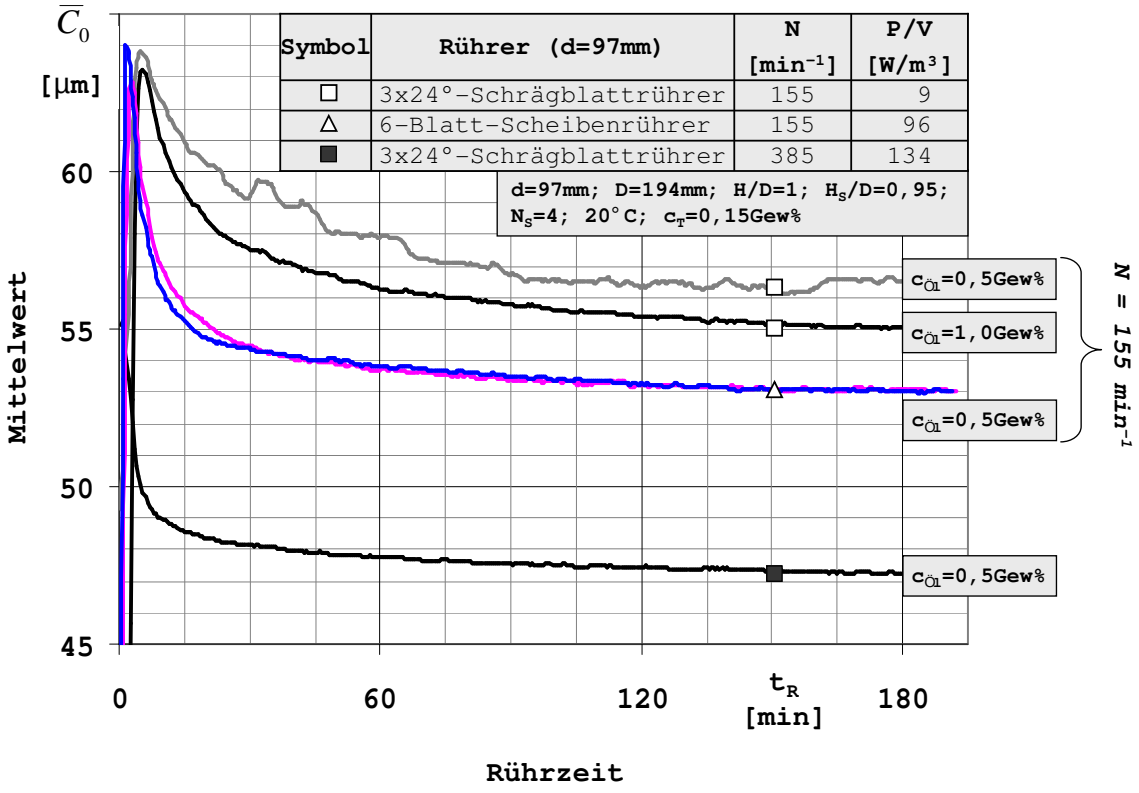


Abbildung 5.7: *Mittelwert der Sehnenlängenverteilung $\overline{C}_0$ als Funktion der Rührzeit t_R bei verschiedenen Phasenanteilen*

- ***gleicher Rührerumfangsgeschwindigkeit bzw. -drehfrequenz*** *der Scheibenrührer (→ Radialrührer) beanspruchungsintensiver ist,*
- ***gleichem spezifischen Leistungseintrag*** *der Schrägblattrührer (→ Axialrührer) beanspruchungsintensiver ist.*

Diese Aussagen werden im Abschnitt *„Systematische Untersuchungen“* ausführlich diskutiert und erläutert.

Einfluss der Sondeneinbauposition Mit der *FBRM*®-Technology werden die Sehnenlängen der vorbeiströmenden Partikel lokal bestimmt. Das bedeudet, dass die lokal gemessenen Partikelgrößenverteilungen repräsentativ für alle Tropfen im Reaktor sein sollen, um eine integrale Betrachtung der Partikelbeanspruchung zu ermöglichen. Um dies zu erreichen, ist eine homogene Verteilung der Tropfen über den gesamten Prozessraum (Reaktor) notwendig. Dadurch wird gewährleistet, dass ein Tropfen, welcher z. B. in der Nähe des Rührorgans beansprucht und aufgebrochen wird, auch in die Messzone der *FBRM*®-Technology gelangt.

Die gleichmäßige Verteilung der Tropfen kann u.a. durch verschiedene Einbaupositionen

der *FBRM*®-Sonde überprüft werden. Zudem kann so der Einfluss der Sondeneinbauposition, genauer die Anströmung der Sonde, abgeschätzt werden. Laut Handbuch soll die *FBRM*®-Sonde in einem Winkel von etwa 45° angeströmt werden, um eine Separation der Partikel zu vermeiden (METTLER-TOLEDO [59]). So würden z.B. bei frontaler Anströmung der Sonde ($\rightarrow$ Anströmwinkel $= 0°$) nur die größeren und somit trägeren Partikel in den Messbereich, welcher sich unmittelbar vor dem Sondenfenster befindet, gelangen. Die kleineren Partikel würden der umgelenkten Strömung folgen und nicht detektiert werden. In Anbetracht dieses Zusammenhanges, wurde die ***Standardposition der Sonde auf der Druckseite eines Stromstörers oberhalb des Rührers definiert*** (siehe Abbildung 5.8: Position 1-4, Drehrichtung des Rührers im Uhrzeigersinn, unterster Punkt der Sonde bei $H/D \approx 0,55$). Anhand der Stromstörer wird die tangentiale Strömung in axiale und radiale Geschwindigkeitskomponenten umgelengt, wodurch an dieser Sondenposition primär positive[6], axiale Geschwindigkeiten vorhanden sind. Hierdurch konnte gewährleistet werden, dass bei den verwendeten Rührertypen (Axial- und Radialrührer) die Sonde optimal in einem Winkel von 30°-45° angeströmt wurde.

In der Abbildung 5.8 ist ein Versuch dargestellt, womit der Einfluss der Sondeneinbauposition überprüft wurde. Der dargestellte Versuch beginnt nach einer üblichen Beanspruchungsmessung, d.h. nach etwa 2 h Rührzeit bei $N = 170\,\mathrm{min}^{-1}$ (6-Blatt-Scheibenrührer mit $d = 97\ mm,\ D = 200\ mm,\ c_T = 0,15\ Gew\%,\ c_{\text{Öl}} = 1,0\ Gew\%$ und 4 Flachstromstörern mit $H_S/D = 0,8$). Nachfolgend werden die **acht verschiedenen Einstellungen der Abbildung 5.8** diskutiert.

1. Position Es ist zu erkennen, dass innerhalb der ersten 15 Minuten mit $N = 170\ min^{-1}$ keine signifikante Änderung beim Mittelwert ($\overline{C}_0$) auftritt. Somit wird bestätigt, dass der *quasistationäre* Zustand nach etwa zwei Stunden ($t_R \approx 2\ h$) erreicht wurde.

2. Position Nach dem Ausschalten des Rührwerkes ($N = 0\ min^{-1}$) sinkt der Mittelwert stark ab. Das lässt sich damit erklären, dass die größeren Partikel aufsteigen und primär die verbleibenden, kleineren Tropfen gezählt werden. Zudem wird die Sonde nicht mehr angeströmt, was dazu führt, dass immer wieder dieselben Tropfen detektiert werden.

3. Position Nach etwa acht Minuten wurde das Rührwerk erneut eingeschaltet und die Drehfrequenz wieder auf $N = 170\ min^{-1}$ eingestellt. Das führt dazu, dass die gesamten Tropfen wieder gut verteilt werden und folglich der Ausgangswert des Mittelwertes schnell erreicht wird. Das ist auch ein Indiz für die gute Stabilisierung der Tropfen, d.h. der Unterdrückung der Koaleszenz.

[6] Positiv bedeutet, eine vom Behälterboden weggerichtete Strömung $\rightarrow$ Aufwärtsströmung

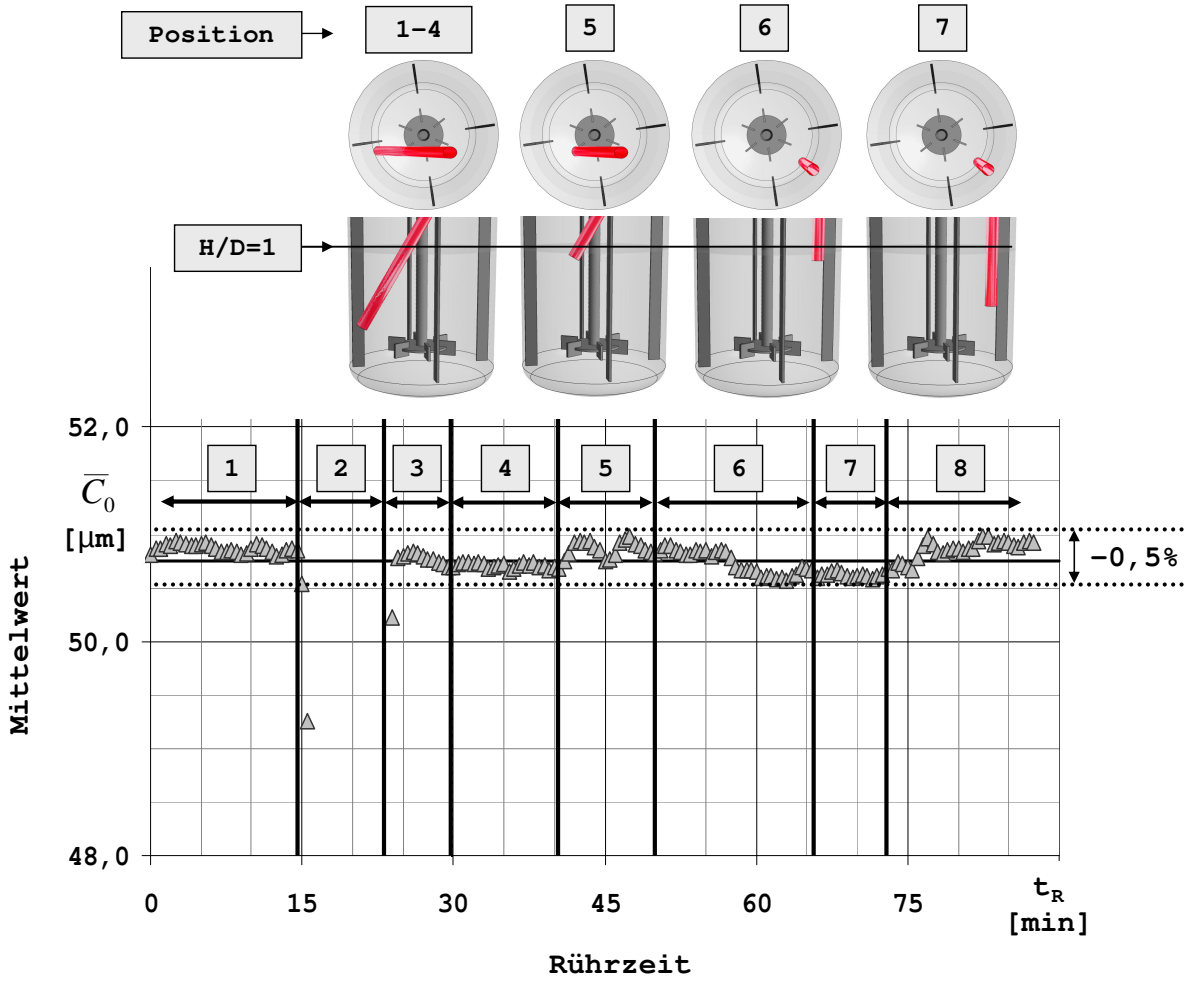


Abbildung 5.8: *Einfluss der Sondeneinbauposition auf den Mittelwert (DN200)*

4. Position Um den Einfluss der ***Anströmgeschwindigkeit*** zu überprüfen wurde, die Drehfrequenz auf $N = 120\ min^{-1}$ verringert. Dies kann näherungsweise mit einer Reduktion der direkten Anströmgeschwindigkeit der Sonde von -30 Prozent gleichgesetzt werden. Es wurde vermutet, dass durch die Reduzierung der Anströmgeschwindigkeit die *Anzahl der detektierten Partikel pro Sekunde* $\#/s$ infolge der geringeren Anzahl der Partikel, die pro Sekunde an der Sonde vorbei strömen, signifikant sinkt. Doch dieser Effekt konnte nicht bestätigt werden. So wurden bei $N = 170\ min^{-1}$ und $N = 120\ min^{-1}$ jeweils etwa 8.000 Tropfen pro Sekunde gemessen.

5. Position Zusätzlich sind verschiedene Sondenpositionen untersucht worden. Eine deutliche Erhöhung der Sondenposition gegenüber dem Punkt 4 führt zu keiner signifikanten Veränderung des gemessenen Mittelwertes. Trotz der sehr hohen (etwa 10 mm unterhalb der Fluidoberfläche) und mittigen Sondenposition unterscheidet sich die Tropfengrößenverteilung kaum von der im Punkt 4.

Tabelle 5.4: *Reproduzierbarkeit der Sehnenlängenverteilungen am Beispiel der Mittelwerte* $\overline{C}_0$ *für einen 6-Blatt-Scheibenrührer* ($d = 97\ mm$; $h_{RM} = 65\ mm$; $Ne = 3,75$; $N_S = 4$; $H_S = 160\ mm$; $t_R = 125\ min$) im DN200-Reaktor

N $[min^{-1}]$	$\overline{C}_{0,1}$ $[\mu m]$	$\overline{C}_{0,2}$ $[\mu m]$	$\overline{C}_{0,3}$ $[\mu m]$	$\overline{C}_{0,4}$ $[\mu m]$	$\overline{C}_{0,5}$ $[\mu m]$	$\overline{C}_{0,6}$ $[\mu m]$	$\overline{C}_{0,7}$ $[\mu m]$	$\overline{C}_{0,MW}$ $[\mu m]$	$\bar{\nu}_{rel}$ [%]
75	61,4	63,0	61,6	-	-	-	-	62,0	1,1
110	54,9	55,7	54,3	-	-	-	-	55,0	0,9
155	49,8	50,3	50,3	49,5	50,6	50,4	50,5	50,2	0,4

6. Position Weiter wurde die Sonde senkrecht zur Strömung positioniert. Zum einen direkt unter der Fluidoberfläche ($\approx$ 10 mm) und

7. Position zum anderen 60 mm (65 Prozent der Füllhöhe) tiefer. Auch bei diesen Positionen konnte keine signifikante Änderung des Mittelwertes festgestellt werden.

8. Position Auch weiter untersuchte diverse Sondeneinbauposition (u.a. Sondenfenster zur Strömung geneigt bzw. abgeneigt, Sonde auf der Saugseite eines Strömstörer usw.) erzielten immer wieder den gleichen Mittelwert.

Somit kann zusammengefasst werden, dass der Einfluss der Sondeneinbauposition sehr gering ist ($\pm 0,25\ \mu m$). Die geringe Abweichung von $\pm 0,5\%$ vom Mittelwert in Abhängigkeit zur Einbauposition der Sonde ist ähnlich der Reproduzierbarkeit der Messergebnisse (siehe Tabelle 5.4). Auch bei späteren Untersuchungen im DN400-Reaktor konnten keine signifikanten Veränderungen infolge der Sondenposition festgestellt werden (vgl. auch Biedermann [7]). Außerdem konnte mithilfe dieser Untersuchungen eine homogene Verteilung der Tropfen für einen weitreichenden Bereich im Behälter nachgewiesen werden.

Reproduzierbarkeit der Beanspruchungsmessungen An dieser Stelle soll auf die gute Reproduzierbarkeit der Versuche, die auch über einen längeren Zeitraum (3 Jahre) bestand, hingewiesen werden (siehe auch Abbildung 5.7 mit zwei Messungen für den Scheibenrührer bei $N = 155\ min^{-1}$). So wurden in unregelmäßigen Abständen bestimmte Versuche im DN200-Laborreaktor durchgeführt, um nach Umbauten bzw. längerem Stillstand der Versuchsanlage die Einstellungen der Sonde zu kontrollieren. Die Resultate sind in der Tabelle 5.4 für drei unterschiedliche Leistungseinträge zusammengefasst. Zunächst zeigen die sehr geringen Abweichungen vom Mittelwert ($\bar{\nu}_{rel} < \pm 1,1\%$) eine

hohe Reproduzierbarkeit der Versuche[7]. Weiter ist zu erkennen, dass bei der Bestimmung des Mittelwertes der Sehnenlängenverteilung $\overline{C}_0$ die Messgenauigkeit mit der Zunahme der Drehfrequenz bzw. des Leistungseintrages etwas ansteigt. Dies wird durch eine mittlere Abweichung von $\pm 1,1\%$ für $P/V = 11\ W/m^3$ ($N = 75\ min^{-1}$) und $\pm 0,4\%$ für $P/V = 94\ W/m^3$ ($N = 155\ min^{-1}$) deutlich. Dieser Aspekt wird durch die exponentielle Abhängigkeit der Tropfenmittelwerte vom Leistungseintrag ($\overline{C}_0 \propto P/V^{-a}$) erklärt. Das bedeutet, dass bei den sehr geringen rührerinduzierten Beanspruchungen ($P/V < 30\ W/m^3$) die Änderungen im Tropfendurchmesser drastischer sind, als bei größeren Beanspruchungen ($P/V > 100\ W/m^3$). Somit führen auch geringe Änderungen beim Leistungseintrag respektive der Drehfrequenz zu einem größeren Einfluss auf die Tropfengröße. Zum Beispiel kann für den 6-Blatt-Scheibenrührer bei einem Sprung von $P/V = 10 \rightarrow 20\ W/m^3$ eine Änderung im Mittelwert der Sehnenlängenverteilung von $\Delta\overline{C}_0 = -2,3\ \mu m$ bestimmt werden. Dagegen ist bei $P/V = 90 \rightarrow 100\ W/m^3$ $\Delta\overline{C}_0$ nur noch $-0,3\ \mu m$.

Die Tabelle 5.5 zeigt ebenfalls eine hohe Reproduzierbarkeit der Versuche, jedoch ist ***eine Abhängigkeit zur verwendeten*** *EAL-Öl*-Charge zu erkennen. Die Abweichungen bei den Mittelwerten $\overline{C}_0$ sind mit $+1\%$ bzw. $+6\%$ für d_{32}^* relativ gering. Aber beim Vergleich der dritten und der vierten Öl-Charge, die vom Kooperationspartner stammt, sind trotz vergleichbarer Oberflächenspannungen der Tensidlösungen sowie ähnlicher Dichten:

- Charge 3: $\rho_{20°C} = 989\ kg/m^3$ und
- Charge 4: $\rho_{20°C} = 988\ kg/m^3$

signifikante Abweichungen in den Verteilungen sichtbar. So ist der Fein- und der Grobanteil bei der vierten Öl-Charge jeweils höher, wodurch in der Folge die Verteilungen breiter sind. Dieser Aspekt wurde jedoch nur bei den niedrigen Rührerdrehfrequenzen ($N < 200\ min^{-1}$) beobachtet. Dies wird dadurch bekräftigt, dass drei fast identische Sehnenlängenverteilungen mit den in der Tabelle 5.5 vorgestellten Chargen für den 3x24°-Schrägblattrührer bei $N = 342\ min^{-1}$ gemessen worden sind:

- Öl-Charge 3: $\overline{C}_0 = 45,2\ \mu m$, $\#/s\ (1-22)\mu m = 2.013$
- Öl-Charge 4: $\overline{C}_0 = 45,3\ \mu m$, $\#/s\ (1-22)\mu m = 2.013$
- Öl-Charge 4: $\overline{C}_0 = 45,5\ \mu m$, $\#/s\ (1-22)\mu m = 2.007$

[7] Für den Sauterdurchmesser d_{32} ergeben sich mittlere Abweichungen von $< \pm 7\%$. Die *Umrechnung* von $\overline{C}_0$ in d_{32}^* wird im nachfolgenden Abschnitt genauer erläutert.

Tabelle 5.5: *Reproduzierbarkeit der Sehnenlängenverteilungen am Beispiel verschiedener Öl-Chargen für den 3x24°-Schrägblattrührer ($N = 170\ min^{-1}$, $d = 97\ mm$; $h_{RM} = 60\ mm$; $Ne = 0,3$; $N_S = 4$; $H_S = 160\ mm$; $t_R = 125\ min$)* im DN200 Reaktor

Öl-Charge		**3**	**3**	**4**	**4**
$\overline{C}_0$	$[\mu m]$	54,1	53,4	54,6	54,6
$(1-22)\mu m$	[%]	7,5	8,4	9,4	9,6
$(22-43)\mu m$	[%]	33,0	33,4	33,0	33,0
$(43-86)\mu m$	[%]	47,2	46,2	43,8	43,5
$(86-251)\mu m$	[%]	12,3	12,0	13,8	13,9

Zusammengefasst bedeutet dies, dass trotz unterschiedlicher Chargen (EAL-Öl aus drei verschiedenen Chargen → $3x19\ L$; *Triton X-100* aus diversen Chargen zu je 1 L-Flaschen von der Fa. CARL-ROTH) *eine sehr hohe Reproduzierbarkeit der Mittelwerte und dementsprechend der Sauterdurchmesser für eine Vielzahl von Messungen erzielt werden konnte.*

5.2.4 Kalibrierung des Sauterdurchmessers mit dem Mittelwert der Sehnenlängenverteilung

Sehnenlängenverteilung Üblicherweise wird der Sauterdurchmesser der Partikelgrößenverteilung als Funktion der spezfischen Rührerleistung aufgetragen (u.a. HENZLER [33], RITTER [66], SHINNAR [75]). Mit der *FBRM®*-Technology werden jedoch die Sehnenlängen der Partikel bestimmt. Anhand der Messergebnisse der Abbildung 5.6 und der Tabelle 5.3 können die Mittelwerte der Sehnenlängenverteilung als Funktion der spezifischen Rührerleistung dargestellt werden. Wie der Abbildung 5.9 entnommen werden kann, wurden der *Median* C_M, der *(arithmetische) Mittelwert* $\overline{C}_\gamma$ (mit $\gamma = 0;\ 2;\ 3$)[8] sowie eine Sehnenlänge C_{32}, welche analog des Sauterdurchmessers nach:

$$C_{32} = \frac{\sum N_i \cdot C_i^3}{\sum N_i \cdot C_i^2} \tag{5.2}$$

berechnet worden ist, miteinander verglichen. Dabei ist anzumerken, dass die Berechnung für $\overline{C}_2$ und C_{32} gleich ist (vgl. mit Gleichung 4.5). Dementsprechend sind diese beiden Werte in der Abbildung 5.9 identisch.

Die Mittelwerte sind proportional zur spezifischen Rührerleistung und können durch eine Potenzfunktion beschrieben werden. Auffällig ist, dass die Werte an sich sowie der

[8] γ beschreibt die unterschiedliche Wichtung der einzelnen Klassen C_i, siehe auch im Abschnitt *„Bestimmung der Partikelgröße“*

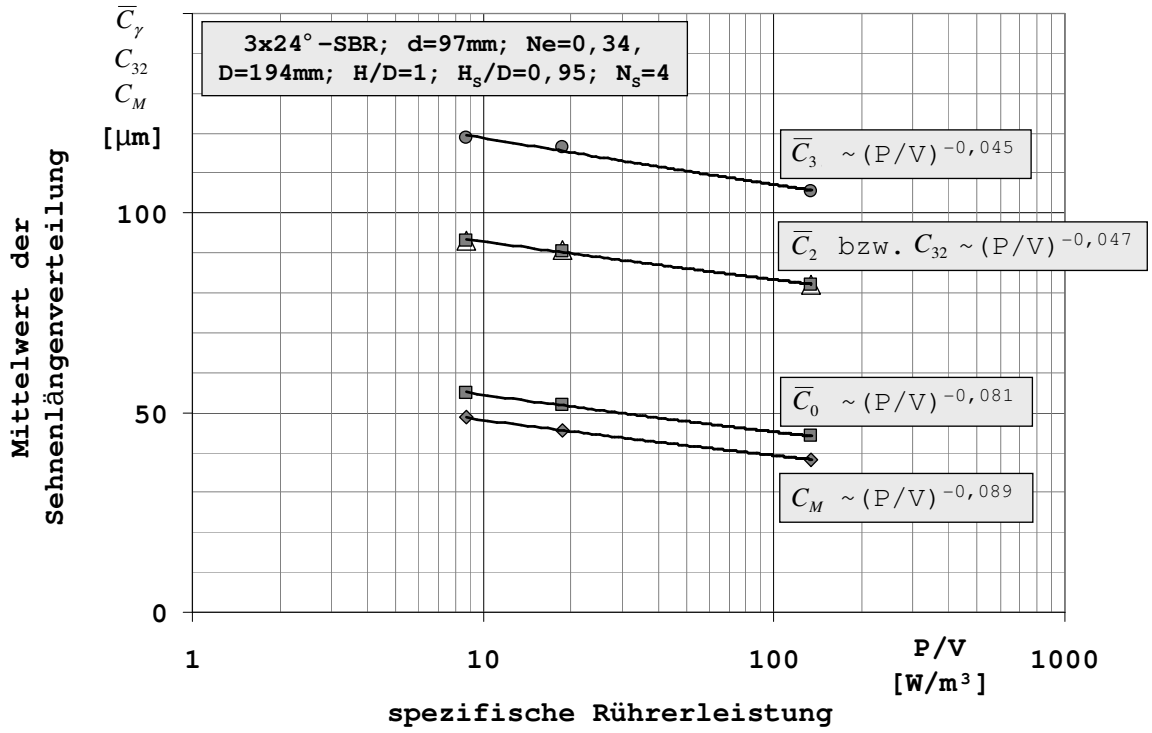


Abbildung 5.9: *Charakteristischen Werte der Sehnenlängenverteilung als Funktion der spezifischen Rührerleistung (siehe auch Tabelle 5.3)*

Exponent mit steigender Wichtung γ größer und in der Folge die Kurven flacher werden. Dies hat zur Folge, dass eine Änderung von nur $\Delta\overline{C}_3 = -13,4\mu m$ bzw. -11 Prozent für den Sprung von $P/V = 9 \rightarrow 134\ W/m^3$ festgestellt wurde. Im Vergleich dazu änderte sich der Medianwert $\overline{C}_M$ um $10,5\ mum$ oder -21 Prozent. Entscheidender jedoch ist, dass die Exponenten in der Abbildung 5.9 deutlich größer als erwartet sind (nach SHINNAR [75] ergibt sich ein Exponent von $-1/3...-2/5$). Dies wurde zunächst auf die Verwendung der Mittelwerte statt dem Sauterdurchmesser zurückgeführt. Aber auch die Auftragung der charakteristischen Sehnenlänge C_{32}, welche analog des Sauterdurchmessers bestimmt wurde (siehe Gleichung 5.2), hat einen zu großen Exponenten zur Folge (siehe Abbildung 5.9 mit $-0,048$ statt $-1/3$ bzw. $-2/5$). Das Fazit dieses Vergleiches ist, dass die Messergebnisse dieser Sehnenlängenverteilungen nicht qualitativ mit denen bekannter Literaturstellen verglichen werden können. *Somit sind die zu großen Exponenten in der Abbildung 5.9 mit der Verwendung der Sehnenlängenverteilungen statt der Partikelgrößenverteilungen zu erklären. In der Folge ist eine Kalibrierung der* FBRM®*-Technology notwendig.*

Partikelgrößenverteilung Eine theoretische Umrechnung der gemessenen Sehnenlängenverteilungen in die entsprechende Partikelgrößenverteilungen ist für ein derartiges Modellstoffsystem ohne Weiteres nicht möglich (vgl. u.a. Gleichung 4.6 und Abbildung 4.7).

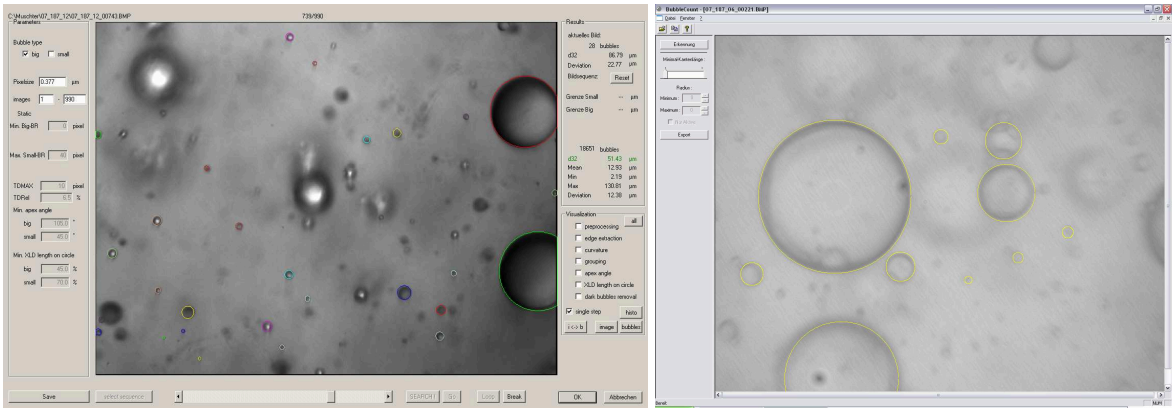


Abbildung 5.10: *Automatische Auswertung der externen (links) und semiautomatische Auswertung der internen Endoskopaufnahmen (rechts)*

Daher wurde ein Teil der *FBRM*®-Untersuchungen (Resultat: Sehnenlängen) mit einer Endoskopmesstechnik in einem DN400-Reaktor zusätzlich kalibriert.

Mithilfe der internen (Inline) sowie externen (Offline) Endoskopmessungen ist es möglich, die Partikeldurchmesser der Tropfen zu bestimmen. Die Aufnahmen der ***internen Endoskopmessungen*** mussten aufgrund der Bildqualität semiautomatisch ausgewertet werden (siehe Abbildung 5.10). Dabei ist die erforderliche Anzahl der auszuwertenden Tropfen bezüglich der statistischen Sicherheit von Interesse. Für ein koaleszierendes Modellstoffsystem (Toluol/Wasser) wurde von RITTER [66] die Mindesttropfenanzahl von 200 übermittelt. Der Abbildung 5.11 ist jedoch zu entnehmen, dass für das hier verwendete *nicht* koaleszierende Modellstoffsystem eine viele höhere Tropfenanzahl notwendig ist. So müssen mindestens 1.500 Tropfen bei geringen Beanspruchungen bzw. hohen Sauterdurchmessern für eine Verteilung ausgewertet werden. Folglich wurden je Verteilung mindestens 2.000 Tropfen für die Auswertung verwendet. Daraus ergab sich eine ***manuelle Bearbeitungszeit von mehr als 4 Stunden pro Verteilung (Sauterdurchmesser).*** Bezüglich der Partikelbeanspruchung verdeutlicht die Abbildung 5.11 ebenfalls, *dass auch mit der Endoskopmesstechnik bei gleichem Leistungseintrag größere Tropfen beim Rühren mit dem 6-Blatt-Scheibenrührer im Vergleich zum 3x24°-Schrägblattrührer detektiert wurden.*

Zur Bestimmung der Partikelgrößen mit der ***externen Endoskopmessung*** wurde nach Versuchsende die Emulsion aus dem Reaktor durch eine Durchflusszelle geleitet. In der Durchflusszelle konnten die Tropfen mit dem darin befindlichen Endoskop aufgezeichnet werden. Hierdurch wurde die Bildqualität der Tropfen deutlich erhöht, wodurch eine automatische Auswertung der Tropfengrößenverteilung mit einer viel größeren Tropfenanzahl ($>$ 20.000 Tropfen je Verteilung) möglich war. Da jedoch das Umpumpen der Emulsion undefiniert geschehen ist (es wurde eine Wasserstrahlpumpe verwendet), sind

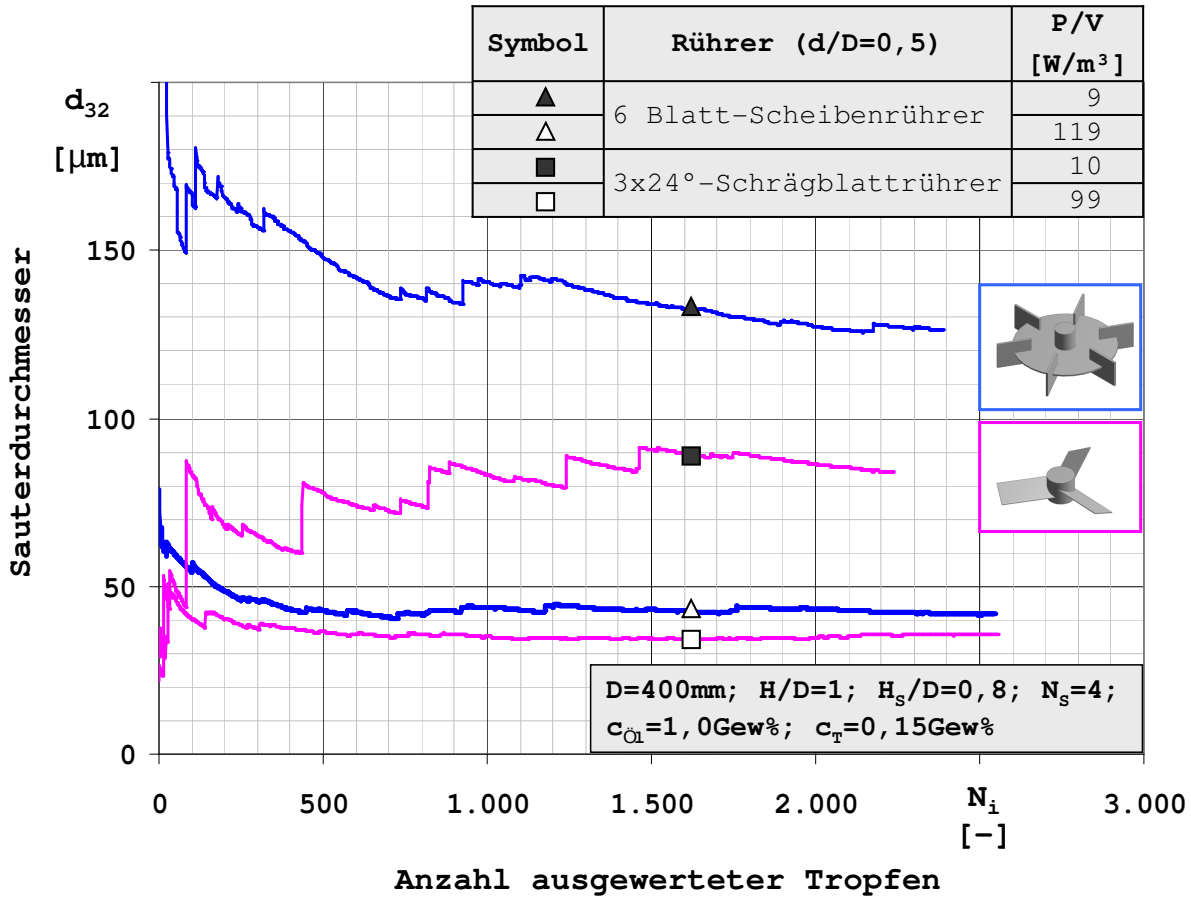


Abbildung 5.11: *Erforderliche Tropfenanzahl*

zusätzliche Beanspruchungen bei diesen Ergebnissen nicht auszuschließen.

Kalibrierung Es wurde bereits diskutiert, dass sich die Mittelwerte einer Sehnenlängenverteilung theoretisch in den entsprechenden Sauterdurchmesser der Partikelgrößenverteilung umrechnen lassen (siehe GREAVES et al. [27]). Hierbei sollten auch keine Abhängigkeiten vom Rührertyp bzw. -durchmesser vorhanden sein. Anhand der Abbildung 5.12 (siehe auch Tabelle 8.2) kann nun diese Annahme bestätigt werden. Es sind die Sauterdurchmesser der Inline-Endoskopmessung d_{32} als Funktion der Mittelwerte der Sehnenlängenverteilung $\overline{C}_0$ dargestellt. Dabei sind keine signifikanten Unterschiede zwischen den zwei unterschiedlichen Rührern (Schrägblatt- und Scheibenrührer) bzw. der verschiedenen Rührerdurchmesser ($d/D = 0,33$ sowie $0,5$) vorhanden. Folglich ist die Bestimmung einer Kalibrierkurve zur Ermittlung des Sauterdurchmessers d_{32} (Endoskop) aus dem Mittelwert der Sehnenlängenverteilung $\overline{C}_0$ der *FBRM*®-Technology durchaus möglich:

$$d_{32}^{*}\ [\mu m] = 0,5398 \cdot e^{0,0976 \cdot \overline{C}_0\ [\mu m]}. \tag{5.3}$$

Nachfolgend wird dieser Sauterdurchmesser mit einem Stern gekennzeichnet. Im Ge-

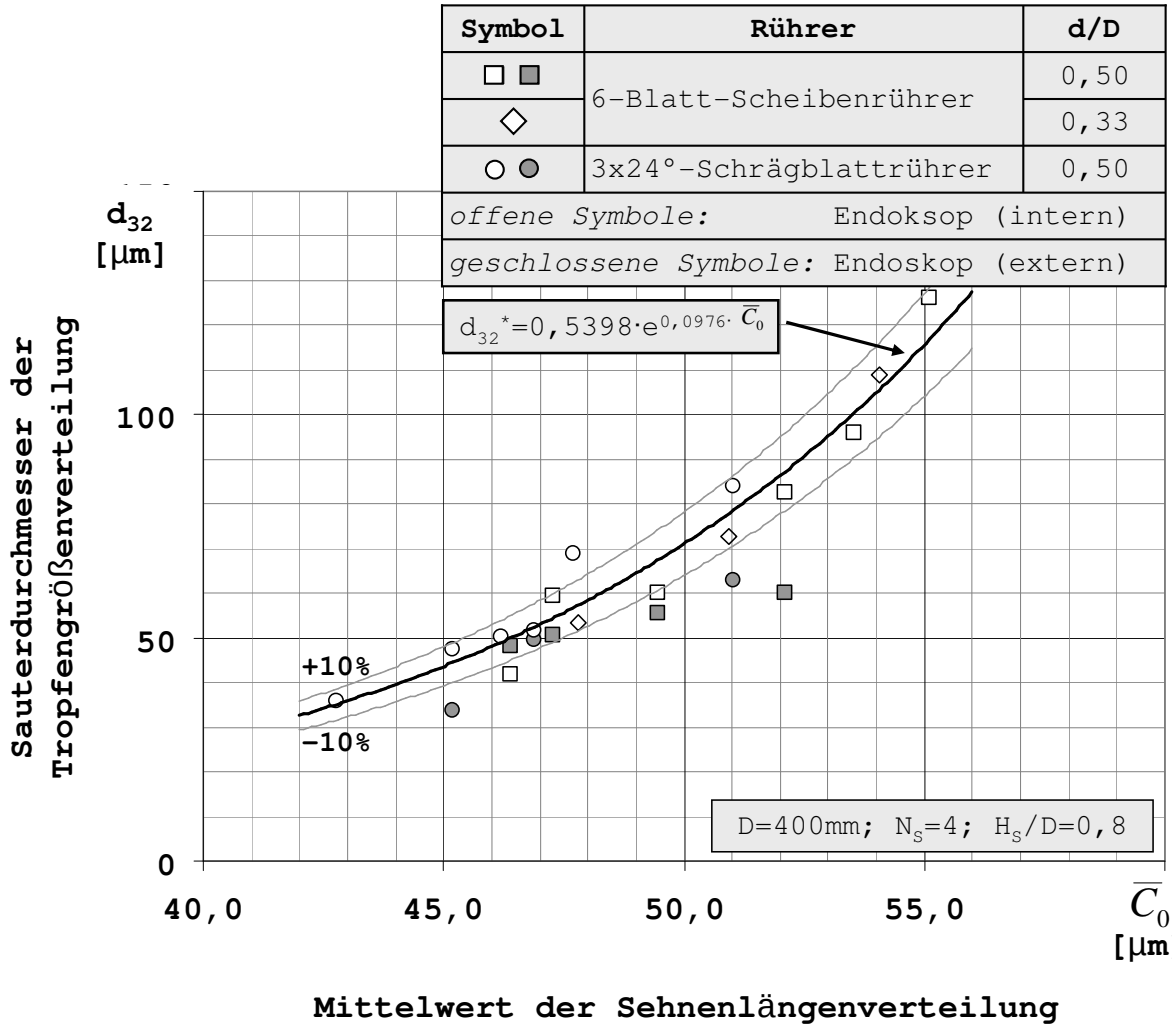


Abbildung 5.12: *Kalibrierkurve zur Bestimmung des Sauterdurchmessers (Endoskop) aus dem Mittelwert der Sehnenlängenverteilung (*FBRM®*-Technology), siehe auch Datentabelle 8.2*

gensatz zu Biedermann [7], die für den gleichen Messbereich zwei unterschiedliche Kalibrierkurven erstellte, ist nur eine Kalibrierkurve für den untersuchten Messbereich $P/V = 9 - 119\ W/m^3$ bzw. $w_{Tip} = 0,5...2,4\ m/s$ notwendig. Der durchschnittliche, relative Fehler $\bar{\nu}_{rel}$, welcher sich aus den experimentellen Sauterdurchmessern d_{32} und den nach Gleichung 5.3 berechneten Sauterdurchmessern d_{32}^* bestimmen lässt:

$$\bar{\nu}_{rel} = \frac{1}{N} \cdot \sum_{i=1}^{N} \left[\frac{|d_{32} - d_{32}^*|}{d_{32}} \right] \tag{5.4}$$

ist mit $\bar{\nu}_{rel} = 0,07$ ($\pm 7\%$ bzw. $\pm 5\ \mu m$ bei einer maximalen Abweichung von 12 μm; $N = 15 \rightarrow$ Anzahl der Versuche) für die internen Endoskopmessungen relativ gering (siehe auch Tabelle 8.2). Die größere, relative Abweichung der externen Endoskopmessungen

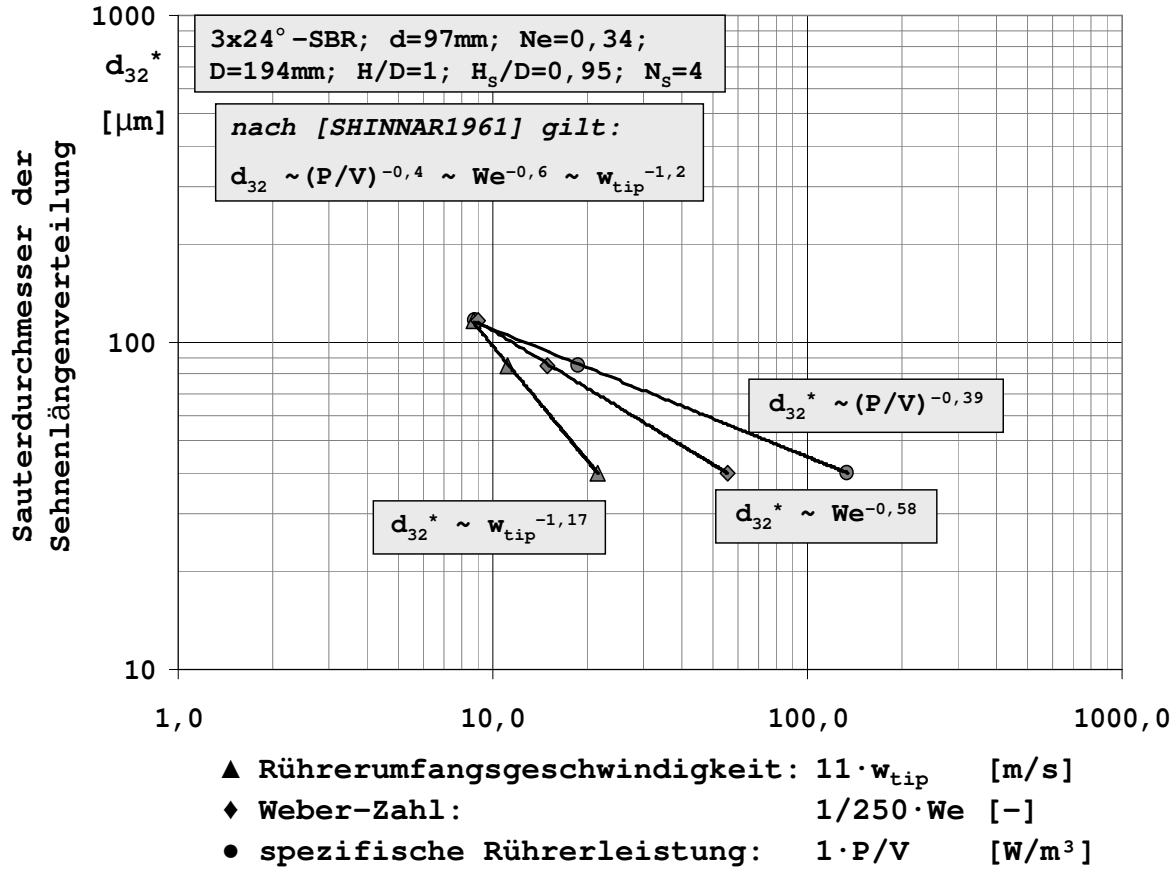


Abbildung 5.13: *Unterschiedliche Abhängigkeiten des mit Gleichung 5.3 umgerechneten Sauterdurchmessers für die Versuche aus der Tabelle 5.3*

($\bar{\nu}_{rel} = 0,17$ bzw. $\pm 17\%$) kann auf die zu geringeren Werte (siehe Abbildung 5.12, die Werte liegen unterhalb der Kurve) zurückgeführt werden. Eine Erklärung hierfür sind unerwünschte Beanspruchungen beim *undefinierten* Durchströmen der Messzelle, wodurch die Tropfen bereits vor der Messung zusätzlich beansprucht (zerkleinert) werden. Dieser Effekt tritt vor allem bei geringer Beanspruchung auf. Ein konkreter Vergleich beim Einsatz des 6-Blatt-Scheibenrührers ($d/D = 0,5;\ N = 60\ min^{-1}$) bestätigt dies. So wurden folgende Sauterdurchmesser erzielt:

- $d_{32} = 82,4\ \mu m$; manuelle Auswertung von 2.918 Tropfen; Endoskop Inline
- $d_{32} = 58,8\ \mu m$; manuelle Auswertung von 1.601 Tropfen; Endoskop Offline
- $d_{32} = 60,2\ \mu m$; automatische Auswertung von 24.536 Tropfen; Endoskop Offline

Zunächst ist zu erkennen, dass der ermittelte Sauterdurchmesser der manuellen Auswertung ähnlich der automatischen Auswertung ist (Endoskop Offline). Somit wird auch die bereits festgelegte Mindestanzahl an auszuwertenden Tropfen von 2.000 bestätigt. Weiter

Tabelle 5.6: *Mittlere, zeitliche Änderungen der transienten Sauterdurchmesser (siehe Abbildung 5.14*

Nr.	**Rührer**	**D** [m]	**d/D** [-]	**N** $[min^{-1}]$	$\frac{\Delta d_{32}^*}{t}$ $[\frac{\mu m}{min}]$	t_{R1} $[min]$	t_{R2} $[min]$
1	6-Blatt-Scheibenrührer	0,2	0,49	75	0,072	105	120
3	3x24°-Schrägblattrührer	0,2	0,49	170	0,069	105	120
5	6-Blatt-Scheibenrührer	0,2	0,49	195	0,005	105	120
6	3x24°-Schrägblattrührer	0,2	0,49	640	0,002	105	120
2	6-Blatt-Scheibenrührer	0,4	0,33	85	0,025	195	210
4	6-Blatt-Scheibenrührer	0,4	0,50	60	0,002	195	210

sind die Sauterdurchmesser der Offline-Messmethode signifikant kleiner als der Sauterdurchmesser, der mithilfe der Inline-Messmethode ermittelt worden ist (-27 Prozent). ***Demzufolge kann festgehalten werden, dass für derartige Untersuchungen zur Partikelbeanspruchung eine Inline-Messtechnik zwingend erforderlich ist.***

In der Abbildung 5.13 ist der nach Gleichung 5.3 *berechnete* Sauterdurchmesser als Funktion *der Rührerumfangsgeschwindigkeit w_{Tip}, der Rührer*-WEBER*zahl We sowie der spezifischen Rührerleistung P/V* aufgetragen. Das sind die in der Rührtechnik typischen Darstellungen von mittleren Tropfengrößen. Eine Anpassung der Werte wurde durch eine Modifizierung der X-Achse erreicht. So wurden die WEBERzahlen durch 250 geteilt und die Rührerumfangsgeschwindigkeit mit 11 multipliziert, um den Vergleich in der Abbildung 5.13 zu erleichtern. Es ist zu erkennen, dass bei anwachsender WEBERzahl, spezifischer Leistung und Rührerumfangsgeschwindigkeit der Sauterdurchmesser jeweils abnimmt. Die einzelnen Abhängigkeiten werden durch die unterschiedlichen Steigungen bzw. Exponenten deutlich. *Wichtig ist, dass durch die experimentelle Anpassung (Sehnenlängenverteilung → Partikelgrößenverteilung) die Sauterdurchmesser durch die von* SHINNAR *[75] hergeleiteten Abhängigkeiten beschrieben werden können.* Demnach konnte der zerteilungsdominate Bereich, welcher durch $d_{32} \propto (P/V)^{-0,4}$ bzw. $d_{32} \propto (P/V)^{-1/3}$ charakterisiert ist (siehe Abbildung 2.5), durch diese Untersuchungen wiedergegeben werden.

Entsprechend der obigen Ausführungen werden im folgenden die erzielten Mittelwerte der Sehnenlängenverteilungen ($\rightarrow \overline{C}_0$: *FBRM*®-Technology) durch die Kalibrierkurve (siehe Gleichung 5.3) direkt in den entsprechenden Sauterdurchmesser d_{32}^* umgerechnet und dargestellt.

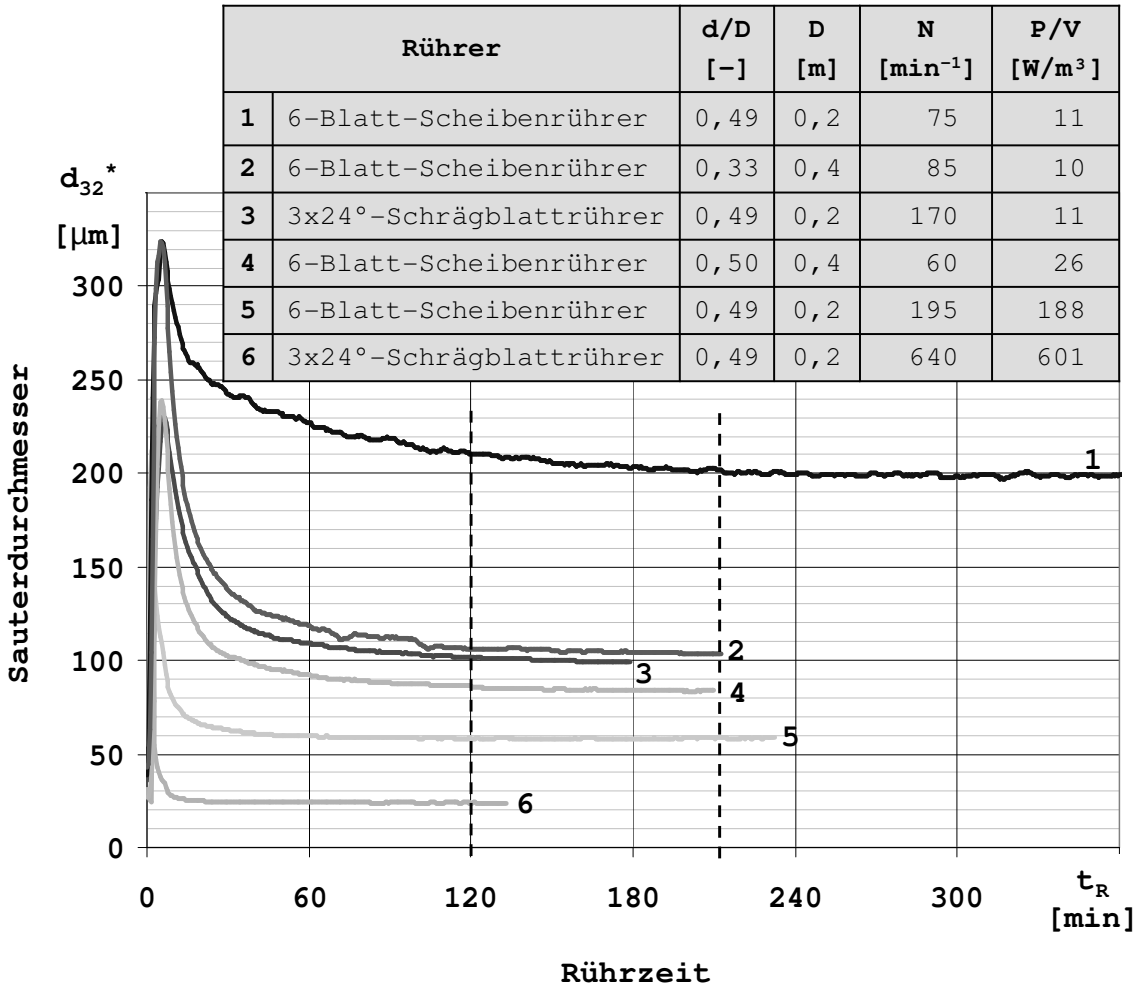


Abbildung 5.14: *Sauterdurchmesser als Funktion der Rührzeit für verschiedene Rührer, Drehfrequenzen und Behälterabmessungen ($H/D = 1$; $H_S/D = 0,8$; $N_S = 4$; $c_{Öl} = 1,0\ Gew\%$; $c_T = 0,15\ Gew\%$)*

5.2.5 Abbruchkriterium bzw. erforderliche Rührzeit

Die notwendige Rührzeit bis zum Erreichen eines quasi stationären Zustandes ist von besonderem Interesse. Zum einen wird dies für die Vergleichbarkeit der Ergebnisse vorausgesetzt und zum anderen wird hierdurch die erforderliche Versuchsdauer wesentlich beeinflusst. Dementsprechend werden möglichst kurze Versuchszeiten angestrebt, um die Anzahl der Versuche im Bearbeitungszeitraum zu maximieren. Näherungsweise gilt, je größer die Beanspruchung, desto kürzer die notwendigen Rührzeiten. Wie den Abbildungen 5.7 und 5.14 zu entnehmen ist, sind für die meisten Versuche Rührzeiten von 2 h (120 min) vollkommen ausreichend. Beim besonders beanspruchungsarmen Rühren (vgl. 6-Blatt-Scheibenrührer mit $N = 75\ min^{-1}$ in der Abbildung 5.14) ist eine Erhöhung der Versuchsdauer auf 3...3,5 h (180...210 min) erforderlich. Biedermann [7] beobachtete

auch nach einer Rührzeit von mehr als einem *Monat* eine Abnahme des Vergleichsflockendurchmessers für das *Ton/ Polymer-Flockensystem*. In der Folge wurde von Biedermann [7] und Henzler [33] ein Abbruchkriterium:

$$\frac{\Delta d_{VF}}{t} = 0,33 \frac{\mu m}{min} \tag{5.5}$$

definiert. Zum Vergleich sind in der Tabelle 5.6 die mittleren Gradienten der Sauterdurchmesser:

$$\frac{\Delta d_{32}^*}{t} = \frac{d_{32}^*(t_{R1}) - d_{32}^*(t_{R2})}{t_{R2} - t_{R1}} \tag{5.6}$$

für die hier vorgestellten Arbeiten nach bestimmten Versuchszeiten aufgelistet. Es ist zu erkennen, dass die Gradienten um ein Vielfaches geringer sind als das von Biedermann [7] und Henzler [33] eingeführte Abbruchkriterium. So sind maximale Änderungen von $\Delta d_{32}^* = 4,3\ \mu m$ innerhalb von 60 min zu erwarten. *Schlussfolgernd wurden die Mittelwerte soweit nicht anders erwähnt nach 120 Minuten (DN200) bzw. 210 Minuten (DN400) für die Auswertungen in Betracht gezogen.*

5.3 Systematische Untersuchungen

Standardeinstellungen Für die systematischen Untersuchungen wurden nachfolgende Standardeinstellungen verwendet:

- zylindrische Glasreaktoren (Labormaßstab: DN200; Technikumsmaßstab: DN400) mit Klöpperboden; Füllstand $H/D = 1$
- zentrischer Rührereinbau mit einer Rührereinbauhöhe[9] $h_{RM}/D \approx 0,3 - 0,35$
- Flüssig/flüssig-Modellstoffsystem bestehend aus *VE-Wasser* und wasserlöslichem Tensid sowie *EAL-Öl* als disperse Phase; *Triton X-100*-Konzentration im Wasser: $c_T = 0,15\,Gew\%$ entspricht $10 \cdot c_{CMC}$; Ölkonzentration: $c_{\text{Öl}} = 1,0\,Gew\%$
- Versuchstemperatur: $T = 20°C$
- Zugabebedingungen: Das *EAL-Öl* wird zu Versuchsbeginn mithilfe eines Trichters zwischen Stromstörer und Rührerwelle auf die Oberfläche der *Tensidlösung* (*VE-Wasser, Triton X-100*) gegeben. Die entsprechende Rührerdrehfrequenz bzw. -leistung ist bereits eingestellt.
- Soweit nicht anders erwähnt, beträgt die Versuchszeit im Labormaßstab (DN200) 120 Minuten bzw. im Technikumsmaßstab (DN400) 210 Minuten.
- ***FBRM®*-Einstellungen:** Lasergeschwindigkeit: 2 m/s; *Coarse*-Filter; Messbereich: $1 - 1.000\ \mu m$ in 90 logarithmisch aufgeteilten Klassen; es wird 30 Sekunden für eine Verteilung gemessen; **Auswertung**: ungewichteter Mittelwert $\overline{C}_0$ bzw. ungewichtete *Partikelcounts pro Sekunde* $\#/s$, wobei ein Mittelwert ($\rightarrow$ *Moving Time Average*) aus 10 einzelnen Werten ermittelt wird

5.3.1 Bewehrter Technikumsmaßstab (DN400)

Ist der Trägheitsunterbereich vorhanden? Nach derzeitigem Wissensstand werden die Tropfen durch die Wirbel der *Mikroturbulenz* beansprucht (siehe u.a. Henzler [32], [33], Liepe [52], [54], Zlokarnik [103]). Zur besseren Beschreibung wurde die *Mikroturbulenz* in zwei Bereiche unterteilt (siehe Abbildung 2.2). Folglich können die Partikel abhängig von ihrer Größe d_P im *Trägheitsunter-* $(25 \cdot \lambda \leq d_P \leq 0,1 \cdot \Lambda)$ oder im *Dissipationsbereich* $(d_P \leq 6 \cdot \lambda)$ beansprucht werden. Hieraus wird ersichtlich, dass zunächst eine Charakterisierung der Partikelbeanspruchung bezüglich dieser Einteilung notwendig wird. Jedoch wurde in diesem Zusammenhang von Liepe [52] ein ***Mindestverhältnis***:

[9] Die Einbauhöhe bezieht sich auf die Rührermitte (siehe Abbildung 4.1).

$$\Lambda/\lambda \geq 150 - 200$$

für die Ausbildung des *Trägheitsunterbereichs* vorausgesetzt. Für die Untersuchungen im Technikumsmaßstab (DN400) kann zunächst ein Mindestverhältnis[10] des Makro- zu Mikromaßstabes von $(\Lambda/\lambda)_{min} \approx 200$ abgeschätzt werden. Dabei wurde der kleinste vorhandene Makrowirbel anhand des kleinsten, verwendeten Rührerdurchmessers (→ ViscoJet®-Rührer mit $d = 120\ mm$ und Gleichung 2.13):

$$\Lambda_{min} = 0,1 \cdot d = 0,1 \cdot 120\ mm = 12\ mm \rightarrow 12.000\ \mu m$$

und der größte Mikrowirbel mit Gleichung 2.14[11] sowie der geringsten zu erwartenden, maximalen Energiedissipation: $\epsilon_{max} = 10 \cdot \bar{\epsilon}$ (mit $\bar{\epsilon}_{min} = 0,008\ W/kg$, Vgl. mit Abbildung 2.3) und der Viskosität von Wasser:

$$\lambda = \left(\frac{1 \cdot 10^{-18}}{0,08}\right)^{0,25} = 60\ \mu m \tag{5.7}$$

in erster Näherung berechnet. Konkret besteht die Möglichkeit, den Mikromaßstab der Turbulenz durch den von Liepe [52] publizierten Zusammenhang (siehe Gleichung 2.57[12]) zu ermitteln. Demnach kann für den 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,5$, $c_D = 0,45$ siehe Tabelle 2.4) und der niedrigsten, untersuchten Rührerdrehfrequenz[13] $N = 42\ min^{-1}$ eine maximale Energiedissipation von $\epsilon_{max} = 0,19\ W/kg$, daraus folgend die Größe des Mikrowirbels zu $\lambda = 48\ \mu m$ (Gleichung 2.14) und folglich das Verhältnis mit $\Lambda = 20\ mm$ zu $\Lambda/\lambda \approx 418$ bestimmt werden. Dementsprechend kann bei den Untersuchungen mit dem 6-Blatt-Scheibenrührer davon ausgegangen werden, dass der *Dissipationsbereich* durch den ausgebildeten *Trägheitsunterbereich* von der Makroturbulenz getrennt ist.

Analog dazu werden für den 3x24°-Schrägblattrührer ($d/D = 0,33$, $c_D = 0,1$) die höchsten Beanspruchungen respektive die kleinsten Tropfen erwartet. Die maximale Energiedissipation kann für die kleinste, eingestellte Rührerdrehfrequenz ($N = 200\ min^{-1}$) zu $\epsilon_{max} = 2,0\ W/kg$ (Gleichung 2.57), die Größe des Mikrowirbels zu $\lambda = 27\ \mu m$ (Gleichung 2.14) und folglich das Verhältnis → $\Lambda/\lambda \approx 496$ bestimmt werden. Da mit steigender Drehfrequenz und somit steigender Energiedissipation die Größe des Mikrowirbels immer weiter abnimmt, wird letztlich das Verhältnis Λ/λ immer größer. *Somit konnte anhand der ermittelten minimalen Verhältnisse:* $\Lambda/\lambda \approx 418$ *bzw.* 496 *nachgewiesen werden, dass*

[10] Das Mindestverhältnis lässt sich anhand des kleinsten Makro- Λ und größten Mikrowirbels λ ermitteln.

[11] $\lambda = \left(\frac{\nu^3}{\epsilon_{max}}\right)^{0,25}$

[12] $\epsilon_{max} = c_D \cdot \frac{w_{tip}^3}{d}$

[13] Anhand der kleinsten Rührerdrehfrequenz kann das minimale Verhältnis Λ/λ ermittelt werden, da die Größe des Makrowirbels konstant ($\Lambda = const.$) und die Größe des Mikrowirbels eine Funktion der Energiedissipation ($\lambda \propto \epsilon^{-1/4}$) ist.

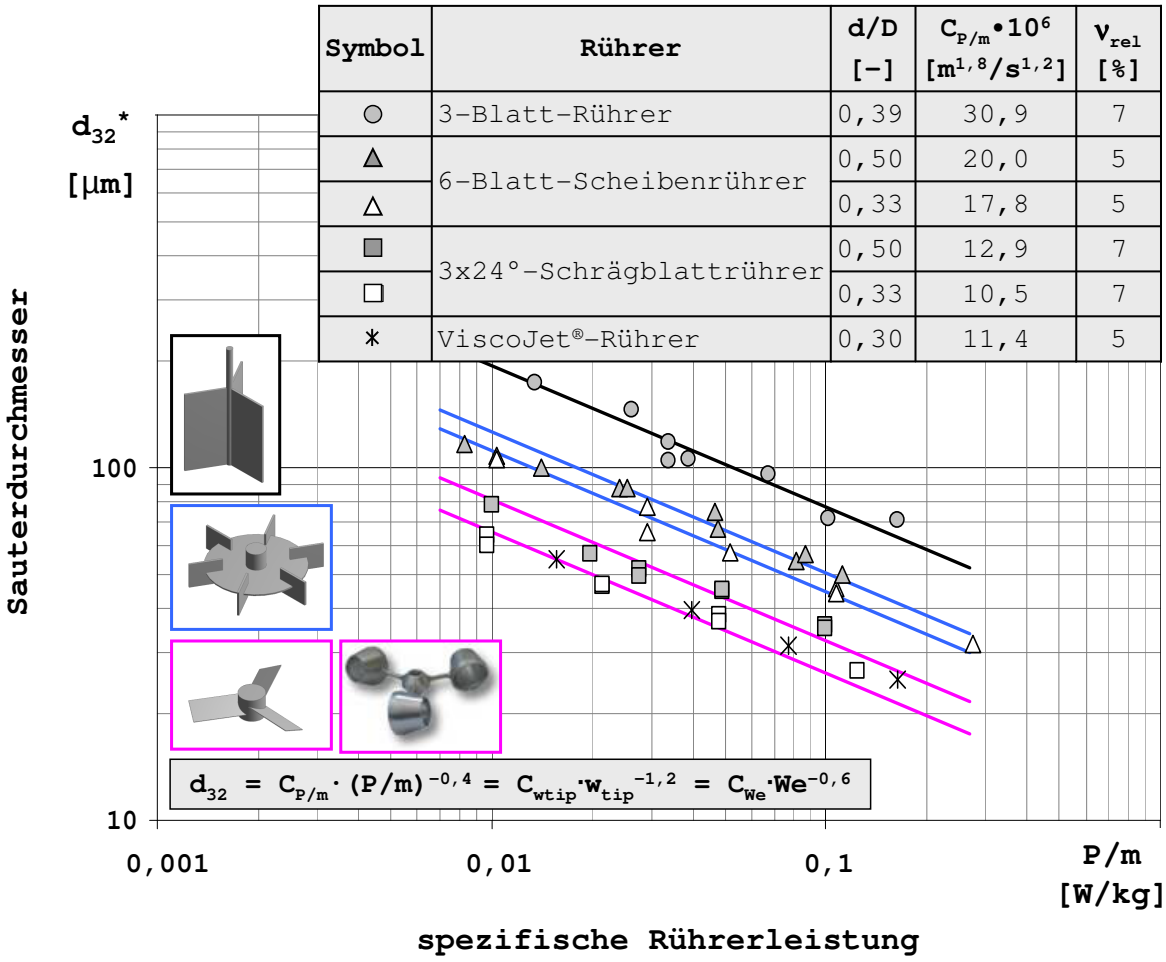


Abbildung 5.15: *Sauterdurchmesser als Funktion der spezifischen Rührerleistung im bewehrten DN400-Reaktor ($N_S = 4$, $H_S/D = 0,76$) sowie die Darstellung der Korrelation (durchgezogene Linien) für den* ***Trägheitsunterbereich*** *(mit $b = 0,4$ in Gleichung 5.8)*

bei allen Versuchen im Technikumsmaßstab (DN400-Reaktor) der Trägheitsunterbereich *vorhanden ist (Voraussetzung:* $\Lambda/\lambda \geq 150 - 200$*).* Schlussfolgernd müssen die gemessenen Sauterdurchmesser mit dem Beanspruchungsmodell von SHINNAR [75] (siehe u.a. Gleichung 2.54 bzw. 2.55) beschreibbar sein. Genauer gesagt sind damit nur die Änderungen des Sauterdurchmessers in Abhängigkeit zur Rührerleistung bzw. -drehfrequenz beschreibbar:

$$d_P \propto \epsilon^{-b} \propto w_{tip}^{-3b}.$$

Zum einen mit $b = 1/3$ für die Partikelbeanspruchung im *Dissipationsbereich* und zum anderen mit $b = 2/5$ für die Partikelbeanspruchung im *Trägheitsunterbereich*.

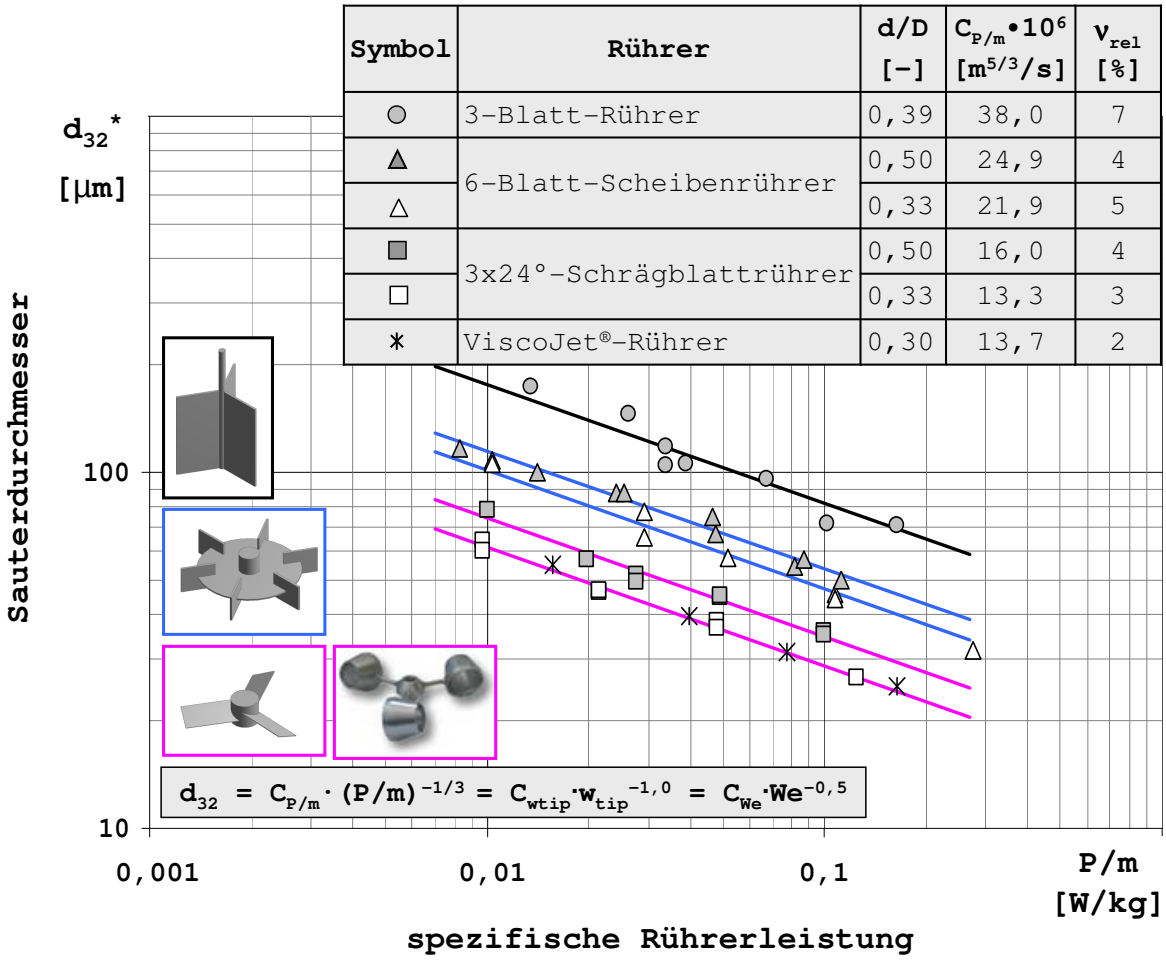


Abbildung 5.16: *Sauterdurchmesser als Funktion der spezifischen Rührerleistung im bewehrten DN400-Reaktor ($N_S = 4$, $H_S/D = 0,76$) sowie die Darstellung der Korrelation (durchgezogene Linien) für den* ***Dissipationsbereich*** *(mit $b = 1/3$ in Gleichung 5.8)*

Vergleich mit Beanspruchungsmodell In den Abbildungen 5.15 und 5.16 sind die experimentellen Sauterdurchmesser d_{32}^* (→ Punkte) sowie die nach dem Modell von Shinnar [75] abgeleiteten Sauterdurchmesser $d_{32,ber}$ (→ durchgezogene Linien) dargestellt. Die berechneten Sauterdurchmesser wurden mit Korrelationsgleichungen ermittelt, die folgende Form besitzen (vgl. auch mit Gleichung 2.54 bzw. 2.55):

$$d_{32,ber.} = C_{P/m} \cdot \bar{\epsilon}^{-b}. \tag{5.8}$$

Die rührerspezifische Konstante $C_{P/m}$, deren Einheit anhand der Gleichungen 2.50 und 2.51 abgeleitet werden kann, konnte durch den Mittelwert der einzelnen Versuchspunkte bestimmt werden:

$$C_{P/m} = \frac{1}{N} \cdot \sum_{i=1}^{N} \left(d_{32}^{*} \cdot \bar{\epsilon}^{b} \right). \tag{5.9}$$

Variiert wurde der Exponent b. So wurden unter anderem $b = 2/5$ definiert (siehe Abbildung 5.15), was einer Tropfenbeanspruchung im *Trägheitsunterbereich* ($d_P \geq 25 \cdot \lambda$, siehe auch Gleichung 2.54) entspricht. Zudem wurden die Sauterdurchmesser mit einem Exponenten von $b = 1/3$ berechnet, was einer Tropfenbeanspruchung im *Dissipationsbereich* ($d_P \leq 6 \cdot \lambda$) entspricht (siehe Abbildung 5.16). Weiter ist in den Abbildungen die mittlere, relative Abweichung $\bar{\nu}_{rel}$ der Messwerte d_{32}^{*} von den berechneten Werten $d_{32,ber}$ dargestellt. Die relative Abweichung

$$\bar{\nu}_{rel} = \frac{1}{N} \cdot \sum_{i=1}^{N} \left[\frac{|d_{32,ber.} - d_{32}^{*}|}{d_{32}^{*}} \right] \tag{5.10}$$

ist gut geeignet, um die verschiedenen Korrelationsmöglichkeiten (hier $b = 2/5$ oder $b = 1/3$) objektiv zu beurteilen (N-Anzahl der Versuche). Ein derartiger Vergleich der Resultate in den Abbildungen 5.15 und 5.16 verdeutlicht:

- dass die relativen Abweichungen $\bar{\nu}_{rel}$ bei der Korrelation für eine Beanspruchung im *Dissipationsbereich* ($b = 1/3$) für die ViscoJet®- und Schrägblattrührer signifikant geringer sind. Da diese Rührer auch die kleineren Tropfen produzieren, ist davon auszugehen, dass die *Tropfen eindeutig im Dissipationsbereich* ($\rightarrow$ $b = 1/3$ *bzw.* $d_P \leq 6 \cdot \lambda$) *beansprucht* wurden. Nach den obigen Ausführungen kann für den 3x24°-Schrägblattrührer ($d/D = 0,33$) für die geringste, untersuchte Beanspruchung ($N = 200\ min^{-1} \rightarrow \bar{\epsilon} \approx 0,01\ W/kg$) die Größe des Mikrowirbels zu $\lambda = 27\ \mu m$ (Gleichung 2.14 mit ϵ_{max} aus Gleichung 2.57 und $c_D = 0,1$) abgeschätzt werden. Der dazugehörige Sauterdurchmesser von $d_{32} \approx 62\ \mu m < 6 \cdot \lambda$ verdeutlicht eine Beanspruchung der Tropfen im *Dissipationsbereich*.

- dass die relativen Abweichungen $\bar{\nu}_{rel}$ bei beiden Korrelationen ($b = 1/3$ bzw. $2/5$) für den 3-Blatt- und 6-Blatt-Scheibenrührer ähnlich sind. Somit lässt sich in diesem Fall eine Unterscheidung bezüglich des *Dissipations-* bzw. *Trägheitsunterbereichs* nicht so präzise formulieren. Nach den Ausführungen von Liepe [52] kann für den verwendeten 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,5$) bei der geringsten, untersuchten Beanspruchung ($N = 42\ min^{-1}$,$\rightarrow \bar{\epsilon} \approx 0,008\ W/kg$) die Größe des Mikrowirbels zu $\lambda = 48\ \mu m$ bestimmt werden (Gleichung 2.14 mit ϵ_{max} aus Gleichung 2.57 und $c_D = 0,45$). Ausgehend von dem dazugehörigen Sauterdurchmesser $d_{32} = 126\ \mu m < 6 \cdot \lambda$ kann geschlussfolgert werden, dass die Tropfen ebenfalls im *Dissipationsbereich* beansprucht werden.

Demzufolge kann mithilfe dieser Darstellungen festgestellt werden, dass die Tropfen des eigens ausgewählten Flüssig/flüssig-Modellstoffsystems trotz der sehr geringen Rührerleistungen ($\bar{\epsilon} \approx 0,008 - 0,3\ W/kg$) und der nachgewiesenen Ausbildung des *Trägheitsunterbereichs* ($\Lambda/\lambda \geq 150 - 200$) eindeutig im *Dissipationsbereich* ($d_P \leq 6 \cdot \lambda \rightarrow\ d_P \propto \bar{\epsilon}^{-1/3}$) beansprucht werden.

Diskussion zur Gültigkeit des Beanspruchungsmodells De facto können *die experimentellen Sauterdurchmesser durch entsprechende Korrelationen mit dem Beanspruchungsmodell hinreichend genau beschrieben werden* ($\bar{\nu}_{rel} \leq 7\%$). Somit kann davon ausgegangen werden, dass das häufig angewandte (u.a. Henzler [33], Liepe [52], Ritter [66], Zhou et. al. [100]) **Beanspruchungsmodell von Shinnar [75] gültig ist**. So ist es mit diesem Modell möglich, die Änderungen der Tropfengrößen für einen bestimmten Rührertyp in Abhängigkeit der Energiedissipation ($\bar{\epsilon} = P/m \propto P/V$):

$$d_P \propto \bar{\epsilon}^{-b} \tag{5.11}$$

mit $b = 1/3$ bzw. $2/5$ (siehe auch Gleichungen 2.50 und 2.51) bzw. in Abhängigkeit zur Rührerumfangsgeschwindigkeit

$$d_P \propto w_{tip}^{-3b} \tag{5.12}$$

zu modellieren. Da jedoch in dem Beanspruchungsmodell von Shinnar [75] die turbulente Schwankungsgeschwindigkeit durch die *mittlere Energiedissipation* bzw. Rührerleistung ersetzt wird:

$$w'^2 \propto \bar{\epsilon}$$

ist dieses Modell nicht in der Lage, die unterschiedlichen Beanspruchungen der verschiedenen Rührer bzw. Reaktordesigns zu erfassen. Somit können nur die Änderungen der Tropfengrößen beschrieben werden. Eine Aussage bezüglich des Rührers, der bei gleicher Rührerleistung die kleinsten Tropfen produziert, ist nicht möglich. Auch die Versuche, auf der Grundlage von Turbulenzmessungen (siehe u.a. Geisler [25], Schäfer [69], Zhou et al. [99]) die maximale Energiedissipation zu messen und damit die sich einstellenden Tropfengößen respektive Partikelbeanspruchungen zu bestimmen, scheiterten bisher. So müsste bei gleicher spezifischer Rührerleistung ($\rightarrow\ \bar{\epsilon} = const.$) ein 6-Blatt-Scheibenrührer kleinere Tropfen produzieren als ein vergleichbarer Axialrührer (z.B. Propeller oder 3x24°-Schrägblattrührer), da der 6-Blatt-Scheibenrührer angeblich größere Turbulenzen erzeugt (vgl. Messresultate von Geisler [25] in der Abbildung 2.3 und u.a. Schäfer [69]). Das dem nicht so ist, konnte anhand eigener Messungen (siehe

Abbildung 5.16) und Literaturdaten (u.a. HENZLER [32], [33], RITTER [66], WILLE [91]) eindeutig gezeigt werden.

Übertragung der Ergebnisse auf Fermentationsprozesse Die Charakterisierung der Partikelbeanspruchung bezüglich des *Trägheitsunter-* bzw. *Dissipationsbereichs* ist entscheidend für die Übertragung dieser Modellversuche auf entsprechende Fermentationsprozesse. Nach HENZLER [32], [33] werden die tierischen Zellen infolge deren Größe im *Dissipationsbereich* beansprucht. Die oben dargestellten Ergebnisse sowie die Abbildung 5.17 verdeutlichen, dass die Tropfen des Flüssig/flüssig-Modellstoffsystems ebenfalls im *Dissipationsbereich* beansprucht werden. Dieser Fakt lässt sich anhand der sehr geringen Grenzflächenspannung ($\gamma = 2,7\ mN/m \rightarrow\ \ d_{P,max} \propto \gamma$ vgl. mit Gleichung 2.50) erklären. So reagieren die Tropfen äußerst sensibel auf die hydromechanischen Beanspruchungen und in der Folge können auch bei sehr geringen spezifischen Leistungseinträgen ($\bar{\epsilon} < 0,03\ W/kg$) sehr kleine Tröpfchen ($d_P \leq 25 \cdot \lambda$) produziert werden.

Ein konkreter Vergleich der Partikelgröße in Abhängigkeit zur beaufschlagten Beanspruchung ist in der Abbildung 5.17 dargestellt. Die *maximale Energiedissipation* wurde anhand der Gleichung 2.66 von HENZLER [32], [33] berechnet ($\rightarrow\ \epsilon_{max}\ [m^2/s^3]$). Zunächst kann festgehalten werden, dass die Steigungen der durchgezogenen Linien für die Modellstoffsysteme (*Ton/Polymer-Flockensystem* und eigenes *Flüssig/flüssig-Modellstoffsystem*) gleich dem BHK[14]-Agglomerat sind: $d_P \propto \epsilon_{max}^{-1/3}$. Das BHK-Agglomerat wurde mittels eines Blattrührers gerührt. Weiter sind die Sauterdurchmesser des eigenen *Flüssig/ flüssig-Modellstoffsystems* bei gleicher maximaler Beanspruchung etwa doppelt so groß wie die BHK-Agglomerate (+95 Prozent). Im Vergleich dazu sind die Vergleichsflockendurchmesser des *Ton/Polymer-Flockensystems* etwa 2,6 mal größer[15]. Zur besseren Einordnung dieser Daten wurden auch das *Toluol-Wasser-* sowie das *Tetralin-Wasser-Modellstoffsystem* aus den Arbeiten von **RITTER [66]** dargestellt. RITTER [66] verwendete einen 6-Blatt-Scheibenrührer mit $d/D = 0,4$ und $D = 0,15\ m$. Es ist zu erkennen, dass das *Tetralin-Wasser-Gemisch* im *Übergangsbereich* beansprucht wird und dementsprechend signifikant größere Sauterdurchmesser aufweist. Trotzdem konnte nur $d_{32} \propto \epsilon_{max}^{-0,3}$ festgestellt werden, was auf die vorhandene Tropfenkoaleszenz zurückgeführt wird. Das *Toluol-Wasser-Gemisch* scheint ein noch stärker ausgeprägtes Koaleszenzverhalten zu haben, wodurch eine noch geringere Abhängigkeit ($d_{32} \propto \epsilon_{max}^{-0,14}$) trotz der Beanspruchung im *Trägheitsunterbereich* resultiert. Von **STAMTOUDIS et al. [77]** wurde ein *Kerosin-Wasser-Gemisch* mit einem 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,33$ und $D = 0,3\ m$) dispergiert. Nach die-

[14] BHK - **B**aby **H**amster **K**idney-Zellen

[15] Die Tropfengrößen des von BIEDERMANN [7], HENZLER [32] [33] und WILLE [92] verwendeten Flüssig/flüssig-Modellstoffsystems sind nur minimal kleiner als die Partikel des Flockensystems.

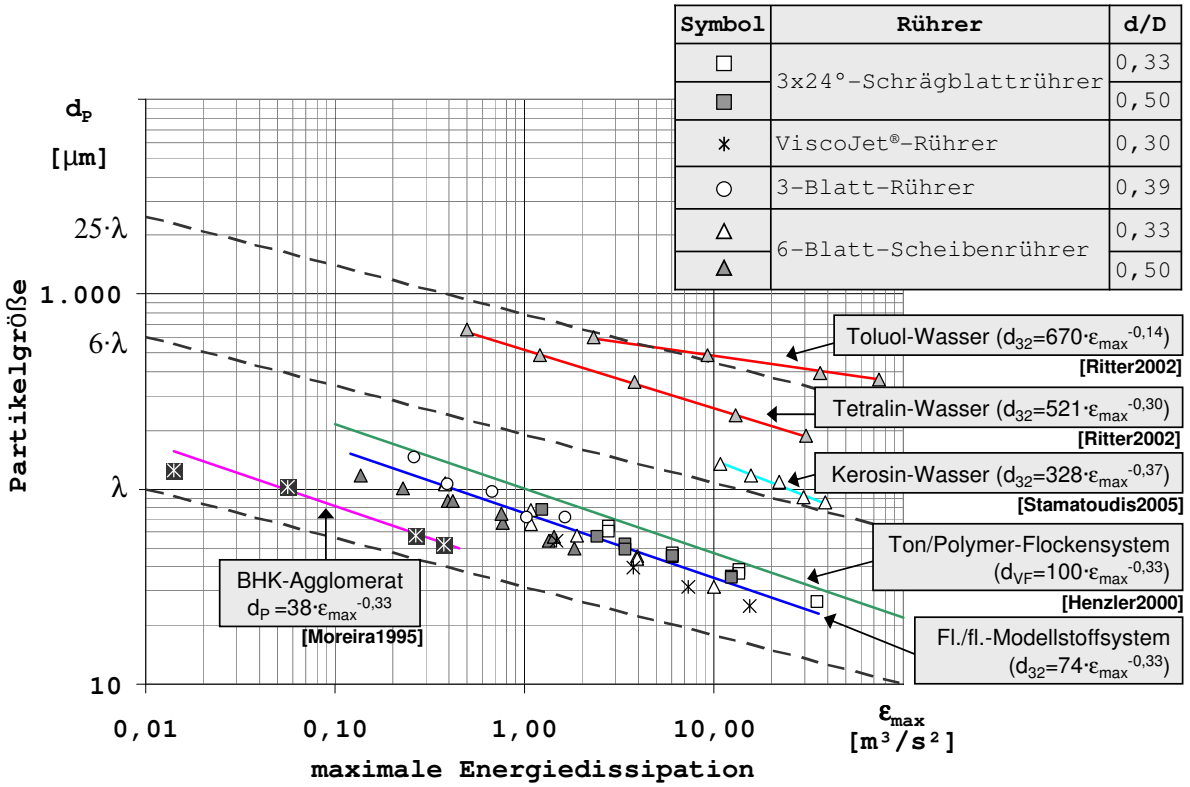


Abbildung 5.17: *Vergleich der Partikelgrößen eines BHK-Agglomerats (*Moreira *[61]), des Ton/ Polymer-Flockensystems (u.a. [7], [32], [33], [36], [63], [80], siehe Gleichung 2.67) sowie diverse Flüssig/flüssig-Modellstoffsysteme als Funktion der maximalen Energiedissipation (siehe Gleichung 2.66 nach* Henzler *[33]* $\rightarrow$ $\epsilon_{max}[m^2/s^3]; d_P[\mu m]$)

ser Darstellung werden die Kerosintropfen im *Übergangsbereich* beansprucht, wodurch die theoretische Abhängigkeit von $d_{32} \propto \epsilon_{max}^{-0,37}$ sehr gut wiedergegeben wird. Bei den Untersuchungen von **Zhou et al. [100]**[16] mit einem 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,25$ $D = 0,24\ m$) wird deutlich, dass die Tropfen ebenfalls im *Übergangsbereich* beansprucht werden: $d_{32} = 384 \cdot \epsilon_{max}^{-0,41}$.

> *Schlussfolgernd kann festgehalten werden, dass das eigens für diese Arbeit entwickelte Flüssig/flüssig-Modellstoffsystem unter diesen Bedingungen dem BHK-Agglomerat am nächsten kommt.*

Folglich sind die Untersuchungen mit dem *Flüssig/flüssig-Modellstoffsystem* durchaus zur Beschreibung der Zellbeanspruchung (tierischer Zellen) geeignet.

[16] Gültig im Bereich $33\ W/kg \leq \epsilon_{max} \leq 124\ W/kg$. Diese Daten sind in der Abbildung 5.17 aufgrund der Übersichtlichkeit nicht dargestellt worden.

Charakterisierung der Rührorgane

Diskussion der Korrelationsgleichung nach Henzler Die Abbildung 5.17 dient auch zum Vergleich der von Henzler [33] vorgeschlagenen Korrelation[17] ($d_P \propto \epsilon_{max}^{-1/3}$) mit den eigenen Resultaten. Zunächst ist zu erkennen, dass im Vergleich zu den Abbildungen 5.15 und 5.16 die erzielten Sauterdurchmesser geschlossener dargestellt werden können ($\nu_{rel} \pm 25$ Prozent). Jedoch ist eine ausreichende, geschlossene Darstellung nicht möglich. Das wird vor allem bei einem Vergleich der Schrägblatt- mit den 6-Blatt-Scheibenrührern deutlich. So sind die Sauterdurchmesser der Schrägblattrührer oberhalb der mittleren Ausgleichsgeraden ($d_{32}^* = 74 \cdot \epsilon_{max}^{-1/3} \rightarrow \epsilon_{max}$ $[m^2 \cdot s^{-3}$; d_{32}^* $[\mu m]$) und die Werte der 6-Blatt-Scheibenrührer unterhalb. Auch die Werte des ViscoJet®-Rührers sind unterhalb dieser Geraden. Dabei erschwert die Geometrie des ViscoJet®-Rührers die Berechnung der maximalen Energiedissipation nach Gleichung 2.66. Das lässt sich damit begründen, dass dieser Rührer keinen *klassischen* Neigungswinkel α besitzt bzw. die Blatthöhe h nicht eindeutig ist (vgl. auch mit Abbildung 4.3 und 4.4). In der Folge wurde für die Blatthöhe[18]: $h = h_a - h_i = 32\ mm - 18\ mm$ und $\alpha = 90°$ gewählt, da somit die beste Annäherung möglich gewesen ist. Jedoch ist dieses Vorgehen für den ViscoJet®-Rührer reine Empirie und daher nicht zielführend.

Diskussion der eigenen Resultate Sollen mithilfe des Beanspruchungsmodells von Shinnar [75] *verschiedene* Rührer modelliert werden, um z.B. für einen Produktionsprozess den geeigneten Rührer hinsichtlich der Partikelbeanspruchung auszuwählen, **sind zusätzlich rührerspezifische Konstanten** ($C_{P/m}$, C_{wtip} bzw. C_{We} - siehe Tabelle 5.7) notwendig. *In der Regel müssen diese Konstanten* ***experimentell*** *bestimmt werden.* Mithilfe der gemessenen Tropfengrößen können die untersuchten Rührorgane bezüglich ihrer Beanspruchung durch diese Konstanten ($C_{P/m}$, C_{wtip}, C_{We}) beurteilt werden.

In der Abbildung 5.16 ist die charakteristische Reihenfolge für einen **konstanten spezifischen Leistungseintrag** ersichtlich. Objektiv betrachtet, kann diese Reihenfolge anhand der Konstanten $C_{P/m}$ erstellt werden. Praktisch bedeutet das, dass der 3-Blatt-Rührer ($C_{P/m} = 38 \cdot 10^{-6}\ m^{5/3} \cdot s^{-1}$) die größten und der ViscoJet®-Rührer ($C_{P/m} = 13,3 \cdot 10^{-6}\ m^{5/3} \cdot s^{-1}$) bzw. der 3x24°-Schrägblattrührer (d/D=0,33 und $C_{P/m} = 13,7 \cdot 10^{-6}\ m^{5/3} \cdot s^{-1}$) die kleinsten Tropfen produziert. Die Differenz beträgt dabei maximal 65 Prozent:

$$\frac{C_{P/m,min}}{C_{P/m,max}} = \frac{13,3}{38,0} = 0,35.$$

[17] ϵ_{max} aus Gleichung 2.66 inkl. des Korrekturfaktors F (Gleichung 2.63)
[18] Dies entspricht der Fläche, die der Strömung entgegenwirkt (vgl. mit Abbildung 4.4).

Tabelle 5.7: *Ermittelte Konstanten $C_{P/m}$ (experimentell), C_{wtip} (Gleichung 5.15) und C_{We} (Gleichung 5.16) für den DN400-Reaktor zur Berechnung des Sauterdurchmessers nach dem Modell von* SHINNAR *[75] (siehe Gleichung 5.13 mit $b = 1/3$)*

Rührer	d/D [-]	Ne [-]	$C_{P/m} \cdot 10^6$ $[m^{5/3} \cdot s^{-1}]$	$C_{wtip} \cdot 10^6$ $[m^2 \cdot s^{-1}]$	$C_{We} \cdot 10^6$ $[m]$
3-Blatt-Rührer	0,39	8,40	38,0	73,2	5.592
6-Blatt-Scheibenrührer	0,50	3,80	24,9	52,9	4.580
6-Blatt-Scheibenrührer	0,33	4,30	21,9	58,9	4.142
3x24°-Schrägblattrührer	0,50	0,26	16,0	83,1	7.195
ViscoJet®-Rührer	0,30	0,60	13,7	75,7	5.076
3x24°-Schrägblattrührer	0,33	0,31	13,3	86,0	6.045

Das bedeutet, dass bei gleichem Leistungseintrag abhängig vom verwendeten Rührer die Sauterdurchmesser um den Faktor 3 ($\approx 38,0/13,3$) respektive die maximale Energiedissipation um den Faktor 27 variieren können ($d_{32}^3 \propto \epsilon_{max}$). Somit kann festgehalten werden, dass die Blatt-Rührer (3-Blatt-Rührer und 6-Blatt-Scheibenrührer) schonender als die Schrägblatt- bzw. ViscoJet®-Rührer sind.

Im Weiteren zeigen die Resultate auch, dass durch *eine Vergrößerung des Rührerdurchmessers* ($d/D = 0,33 \rightarrow \ d/D = 0,50$, was plus 50 Prozent entspricht) die maximale Beanspruchung bzw. Energiedissipation um 47-74 Prozent reduziert werden kann[19]. Dieser Aspekt ist bereits von anderen Autoren beobachtet worden (u.a. BIEDERMANN [7], HENZLER [32], [33], LIEPE [52], RITTER [66]). Für die Partikelbeanspruchung kann daraus abgeleitet werden, dass *diesbezüglich* ($\rightarrow \ P/m = const.$) Rührer mit großen Durchmessern schonender sind.

Sollen die Zusammenhänge zwischen dem Sauterdurchmesser und der **Rührerumfangsgeschwindigkeit** w_{tip} bzw. der **Rührer-WEBERzahl** betrachtet werden, gilt ebenfalls, dass mit steigender Konstante (C_{wtip}, C_{We}) bei gleichen Bedingungen ($w_{tip} = const.$ bzw. $We = const.$) die größeren Tropfen produziert werden:

[19] Die Veränderung der Beanspruchung kann anhand des Sauterdurchmessers ermittelt werden: $d_{32} = C_{P/m} \cdot \bar{\epsilon}^{-1/3} \propto \epsilon_{max}^{-1/3}$. Demnach kann für den 3x24°-Schrägblattrührer ($C_{P/m} = 16,0 \cdot 10^{-6}\ m^{5/3} \cdot s^{-1}$ bzw. $13,9 \cdot 10^{-6}\ m^{5/3} \cdot s^{-1}$) bei gleichem Leistungeintrag die maximale Beanspruchung um 74 Prozent reduziert werden: $(16,0/13,3)^3 = 1,74$. Für den 6-Blatt-Scheibenrührer ($C_{P/m} = 24,9 \cdot 10^{-6}\ m^{5/3} \cdot s^{-1}$ bzw. $21,9 \cdot 10^{-6}\ m^{5/3} \cdot s^{-1}$) kann demzufolge eine Reduktion der maximalen Energiedissipation von 47 Prozent abgeleitet werden: $(24,9/21,9)^3 = 1,47$.

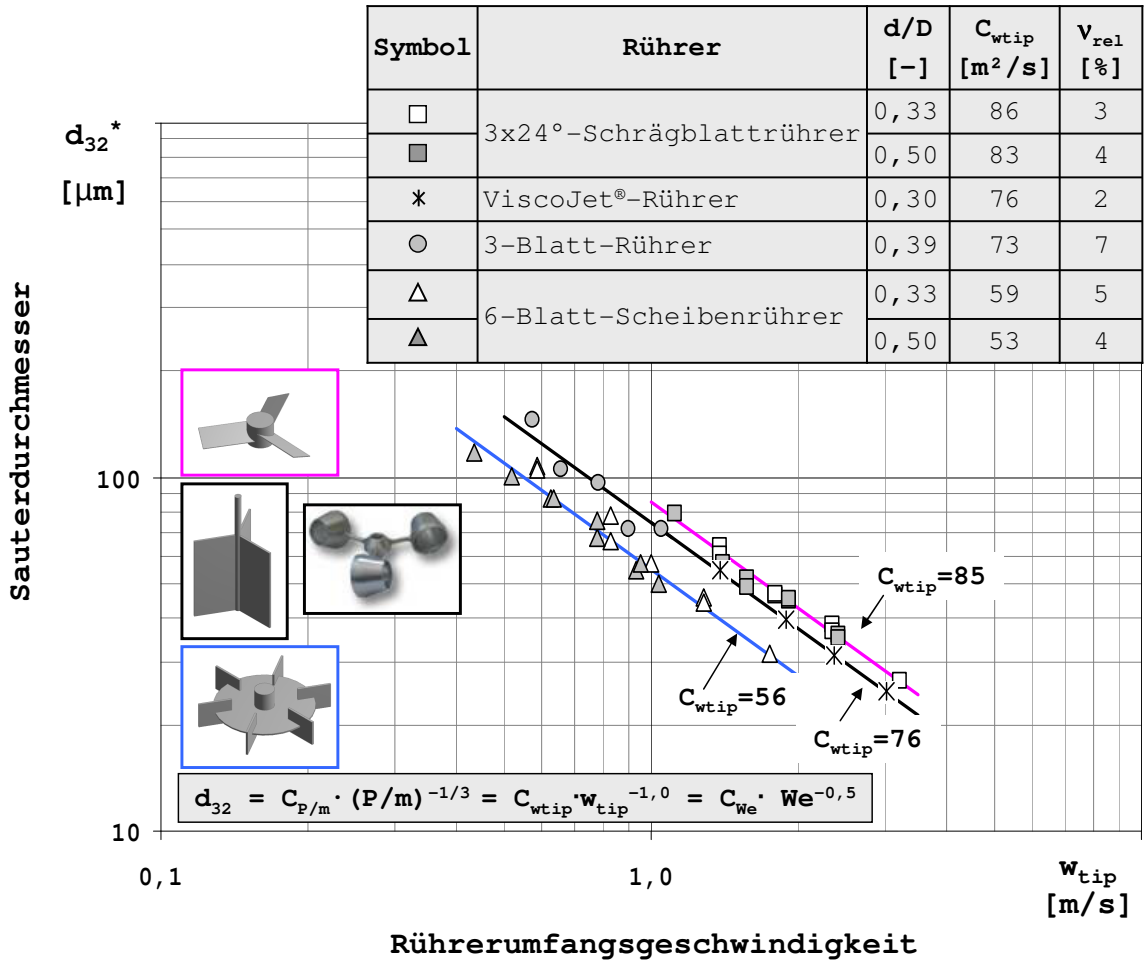


Abbildung 5.18: *Sauterdurchmesser als Funktion der Rührerumfangsgeschwindigkeit im bewehrten DN400-Reaktor ($N_S = 4$, $H_S/D = 0,76$) sowie die Darstellung der Korrelation (durchgezogene Linien) für den* Übergangsbereich *(mit $b = 1/3$ in Gleichung 5.8 bzw. 5.13)*

$$d_{32} = C_{P/m} \cdot \bar{\epsilon}^{-b} = C_{wtip} \cdot w_{tip}^{-3b} = C_{We} \cdot We^{-1,5b}. \tag{5.13}$$

Weiter wird deutlich, dass die Konstanten C_{wtip}, $C_{P/m}$ und C_{We} direkt von einander abhängig sind. Daher gilt für die Konstante C_{wtip} zum Beispiel:

$$C_{wtip} = C_{P/m} \cdot \bar{\epsilon}^{-b} \cdot w_{tip}^{3b}, \tag{5.14}$$

wodurch deutlich wird, dass die Proportionalitätskonstante C_{wtip} sich mithilfe der Gleichungen für die NEWTONzahl 2.3, der Rührerumfangsgeschwindigkeit 2.22 und dem Reaktorvolumen 2.39 exakt aus der bereits bestimmten Konstante $C_{P/m}$ berechnen lässt:

$$C_{wtip} = C_{P/m} \cdot \left[\frac{4 \cdot Ne}{\pi^4 \cdot (H/D - K_B) \cdot D} \cdot \left(\frac{d}{D} \right)^2 \right]^{-b}. \tag{5.15}$$

Demzufolge kann die Konstante C_{We} anhand der Gleichungen 2.22[20] und 2.53[21] wie folgt ermittelt werden:

$$C_{We} = C_{wtip} \cdot \left(\frac{\rho_C \cdot d}{\gamma \cdot \pi^2} \right)^{1,5b} . \tag{5.16}$$

Für den Exponenten b wird der entsprechende Wert, das heißt $b = 1/3$ für den *Dissipationsbereich* (siehe Tabelle 5.7), $b = 2/5$ für den *Trägheitsunterbereich* sowie $b = 0,37$ für den *Übergangsbereich* eingesetzt. Ersterer wurde in der Abbildung 5.18 verwendet. So sind die Sauterdurchmesser und die Ausgleichskurven mithilfe der Konstanten C_{wtip} über der Rührerumfangsgeschwindigkeit aufgetragen. Zunächst kann festgestellt werden, dass die Konstanten für einen bestimmten Rührertyp ähnlich oder sogar gleich sind. So zeigen diese Resultate, dass die Messwerte für unterschiedliche Rührerdurchmesser (d/D, vgl. 3x24°-Schrägblatt- und 6-Blatt-Scheibenrührer) sowie verschiedene Rührertypen (3-Blatt- und ViscoJet®-Rührer) ähnlich sein können. Der Fakt der ähnlichen Sauterdurchmesser bei unterschiedlichen Rührerdurchmessern verdeutlicht, dass für einen bestimmten Rührertyp bei gleicher Rührerumfangsgeschwindigkeit unabhängig von der eingetragenen Leistung vergleichbare Beanspruchungen produziert werden (siehe vergleichbare C_{wtip}-Werte in der Tabelle 5.7 und Messewerte in Abbildung 5.18). *Weiter sind bei* ***konstanter Rührerumfangsgeschwindigkeit*** *nun die 3x24°-Schrägblattrührer schonender als die 6-Blatt-Scheibenrührer.* Konkret produziert ein 6-Blatt-Scheibenrührer bei gleicher Rührerumfangsgeschwindigkeit etwa 36 Prozent (Vgl. $C_{wtip} = 83 \cdot 10^{-6}\ m^2/s$ bzw. $C_{wtip} = 53 \cdot 10^{-6}\ m^2/s \ \rightarrow \frac{53}{83} = 0,64$) kleinere Sauterdurchmesser.

> *Somit ist das Fazit dieses Abschnittes, dass die Partikelbeanspruchung immer im Bezug auf den Betrieb (Rührerleistung* $\rightarrow C_{P/m}$*, Rührerumfangsgeschwindigkeit* $\rightarrow C_{wtip}$ *oder Rührer-*WEBER*zahl* $\rightarrow C_{We}$*) betrachtet werden muss.*

Dementsprechend konnte festgestellt werden, dass bei gleicher spezifischer Rührerleistung ($\bar{\epsilon} = const.$) ein 6-Blatt-Scheibenrührer im Vergleich zu einem 3x24°- Schrägblattrührer *beanspruchungsarm*, jedoch bei gleicher Rührerumfangsgeschwindigkeit ($w_{tip} = const.$) *beanspruchungsintensiv* ist.

Vergleich der Partikel- und Sehnenlängenverteilungen In diesem Abschnitt sollen die Partikel- (Inline-Endoskop) und Sehnenlängenverteilungen (*FBRM*®-Technology), welche in dem DN400-Rührreaktor gemessen worden sind, miteinander verglichen werden. In der Abbildung 5.19 sind die Summenkurven ($Q_0 \rightarrow$ Anzahlverteilung und $Q_3 \rightarrow$ Volumenverteilung) der Partikel-(d_P) sowie der Sehnenlängenverteilung (C) gegenübergestellt.

[20] Rührerumfangsgeschwindigkeit
[21] Rührer-WEBERzahl

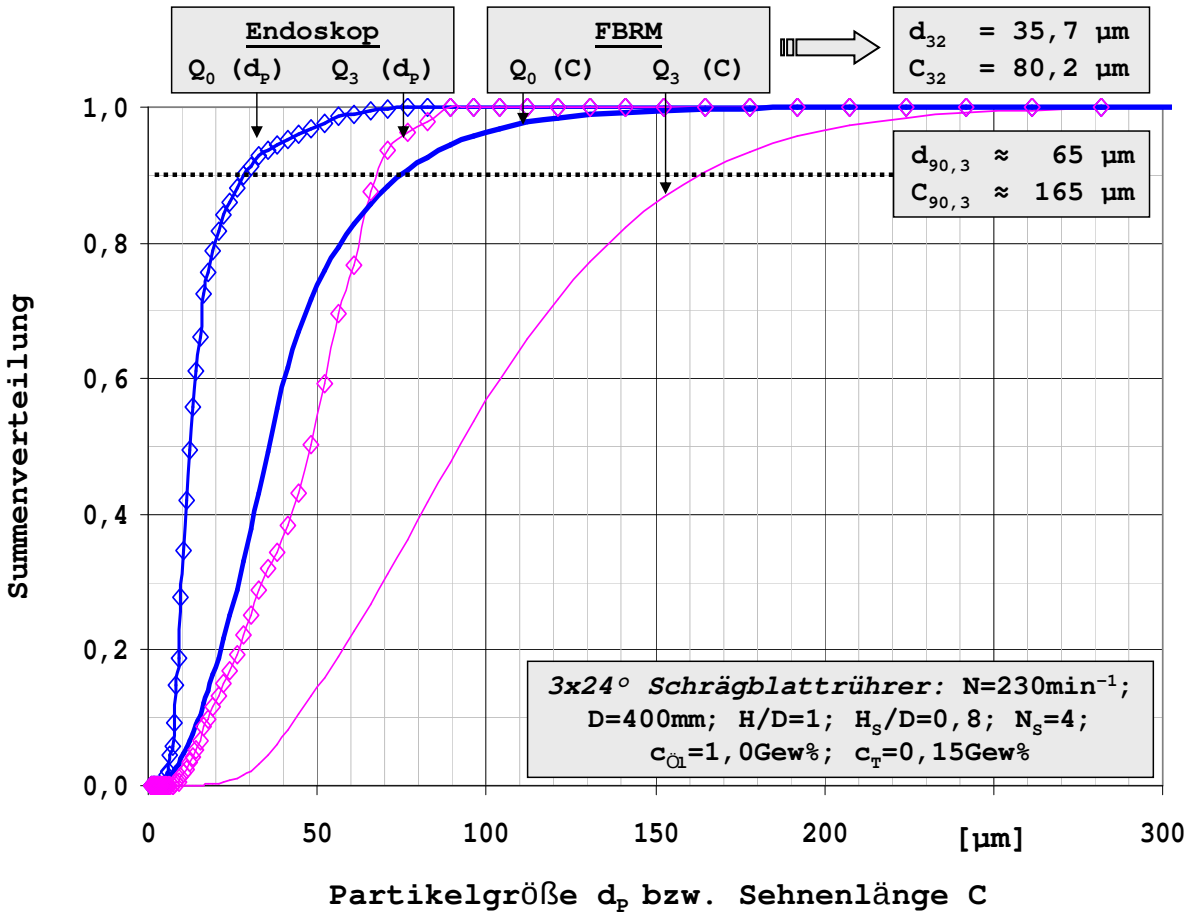


Abbildung 5.19: *Vergleich der Partikel- und Sehnenlängenverteilung* ($\overline{C}_0 = 42,8\ \mu m$)

Was zunächst auffällt sind die deutlichen qualitativen und quantitativen Unterschiede der jeweiligen Verteilungen. Dies wurde bereits anhand der Arbeiten von GREAVES et al. [27] deutlich (vgl. auch Abbildung 4.7). So ist weiterhin der Aspekt verwunderlich, dass die Sehnenlängenverteilung größere Tropfen anzeigt als dies mit dem Endoskop gemessen worden ist. Dementsprechend sind auch große Differenzen zwischen den *Sauterdurchmessern* d_{32} bzw. C_{32} sowie der d_{90} bzw. C_{90}-Werte zu erkennen (Vgl. auch Abbildung 4.7). Theoretisch betrachtet müssen die Sehnenlängen eines Partikels immer kleiner bzw. gleich dem Partikeldurchmesser sein (siehe Abbildung 5.3). Folglich sollten auch die Sehnenlängenverteilungen kleiner als die Partikelgrößenverteilungen sein. Da dieser wichtige Punkt hier nicht bestätigt werden kann, muss davon ausgegangen werden, dass die *FBRM®*-Technology ***nicht exakt die Sehnenlänge der Einzeltropfen bestimmt***. Vermutlich sind die Reflexionseigenschaften der Tropfen für diesen Aspekt entscheidend. Nichtsdestotrotz sind die Änderungen, die mit der *FBRM®*-Technology gemessen werden, tendenziell richtig. So fällt C_{32} mit steigender Beanspruchung, wobei die Änderungen jedoch recht gering sind (vgl. u.a. mit der Tabelle 8.2 und der Abbildung 5.9).

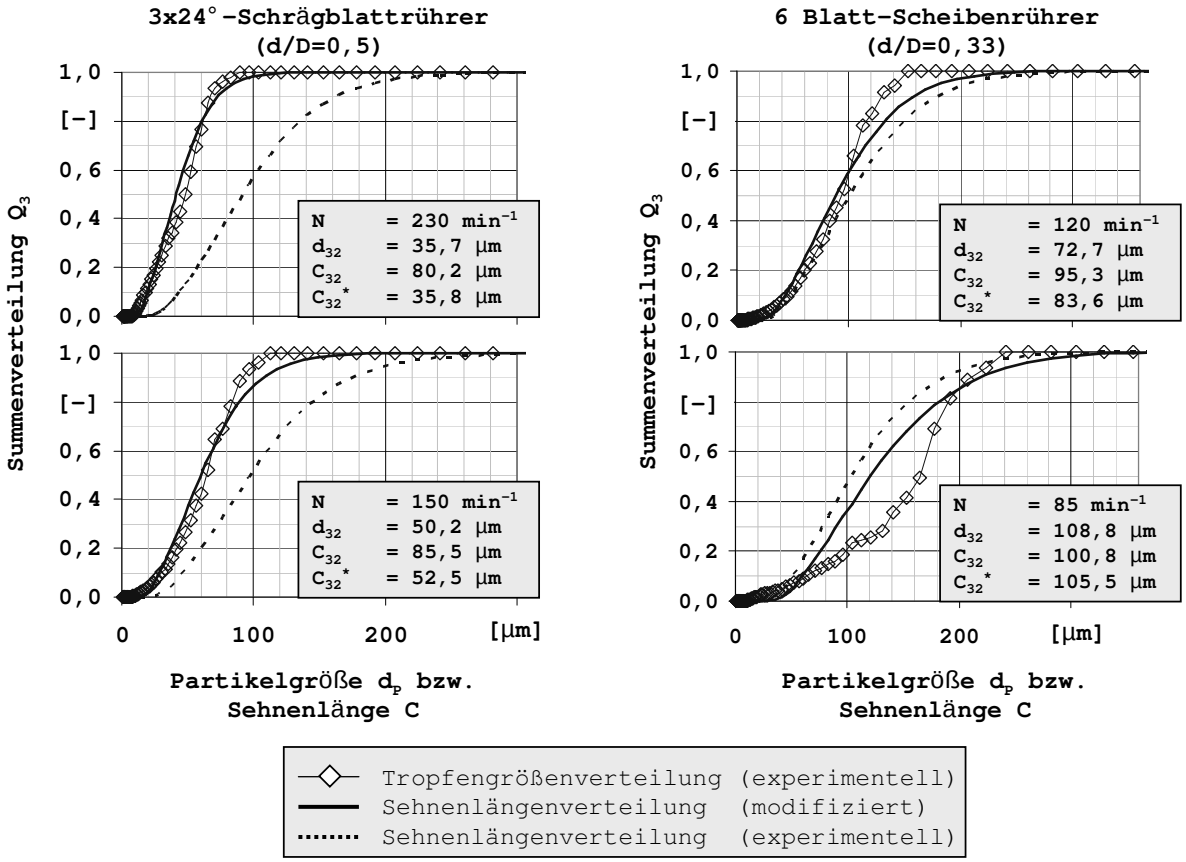


Abbildung 5.20: *Vergleich der Partikel- und Sehnenlängenverteilung für verschiedene Rührer und Drehfrequenzen (D=400mm)*

Analog der *Kalibrierung des Sauterdurchmessers mit dem Mittelwert der Sehnenlängenverteilung* soll nun die gesamte Verteilung angepasst werden. Hierfür ist eine *Modifizierung* der einzelnen Klassenmittelpunkte C_i erforderlich. Das Ergebnis ist eine *modifizierte* bzw. *adaptierte* Sehnenlängenverteilung, welche durch einen Anpassungsfaktor X der Klassenmittelpunkte C_i erreicht wurde. So wird z.B. aus der ursprünglichen ersten Klasse mit $C_1 = (1,0 - 1,08)\ \mu m$ und dem Klassenmittelpunkt von $1,04\ \mu m$ eine *modifizierte* Klassenmitte von $1,04\ \mu m \cdot X$. Bei $X < 1$ wird die Sehnenlängenverteilung nach links zu geringeren Partikelgrößen bzw. bei $X > 1$ nach rechts zu größeren Partikelgrößen verschoben. Der Anpassungsfaktor X ist eine Funktion des Mittelwertes der Sehnenlängenverteilung $\overline{C}_0$, so konnte nachfolgender Zusammenhang empirisch ermittelt werden:

$$X[-] = 0,012 \cdot e^{0,0843 \cdot \overline{C}_0[\mu m]}. \tag{5.17}$$

Für das Beispiel in der Abbildung 5.19 ergibt sich ein Anpassungsfaktor von $X = 0,44$, d.h. die Klassenmittelpunkte werden um mehr als die Hälfte reduziert. Hierdurch ist eine erfolgreiche Anpassung der Sehnenlängenverteilung an die gemessene Partikelgrößenver-

teilung möglich (siehe Abbildung 5.20 links oben). In der Abbildung 5.20 sind auch drei weitere Beispiele für die empirische Anpassung der gemessenen Sehnenlängenverteilung an die ermittelte Partikelgrößenverteilung dargestellt. Zunächst ist zu erkennen, dass bei einer Erhöhung der Drehfrequenz die Verteilung nach links zu den kleineren Partikeln verschoben werden. Dieser Effekt geht mit der größeren Beanspruchung, die zu kleineren Tropfen führt, einher. Weiter kann für den 3x24°-Schrägblattrührer und vor allem für die kleineren Sauterdurchmesser ($d_{32} < 100\mu m$) eine gute qualitative und quantitative Übereinstimmung erkannt werden (d_{10}, d_{50}, d_{90} sind fast identisch). Dagegen sind die *modifizierten* Sehnenlängenverteilungen bei geringeren Beanspruchungen qualitativ nicht ausreichend. Dies wird beim 6-Blatt-Scheibenrührer und $N = 85\ min^{-1}$ deutlich. So sind signifikante Unterschiede beim d_{50} trotz der ähnlichen d_{10}- und d_{90}-Werte vorhanden. Da der Sauterdurchmesser vorwiegend durch die größeren Tropfen (d_{90}) charakterisiert wird, ist die Differenz zwischen d_{32} und C^*_{32} trotzdem sehr gering.

Zusammengefasst kann durch den Anpassungsfaktor X, welcher eine Funktion des Mittelwertes der gemessenen Sehnenlängenverteilung ist, die dazugehörige Partikelgrößenverteilung sehr gut angenähert werden. Siehe dazu auch ***Tabelle 8.2***[22], die

- den Sauterdurchmesser der Inline-Endoskopmessungen d_{32},
- den berechneten Sauterdurchmesser der *FBRM*®-Messungen d^*_{32} (Gleichung 5.3),
- den Sauterdurchmesser der *modifizierten* Sehnenlängenverteilung C^*_{32} sowie der dazu notwendige Anpassungsfaktor X,
- den *Sauterdurchmesser* der *FBRM*®-Messungen C_{32} und
- den Mittelwert der Sehnenlängenverteilung $\overline{C}_0$

beinhaltet. Werden die einzelnen Daten miteinander verglichen, wird deutlich, dass die Übereinstimmung der *adaptierten* Sauterdurchmesser der Sehnenlängenverteilungen d^*_{32} und C^*_{32} ($\rightarrow$ *FBRM*®*-Technology*) mit den experimentellen Resultaten der Endoskopmesstechnik ($\rightarrow$ d_{32}) hinreichend genau ist.

Sauterdurchmesser vs. maximaler Tropfendurchmesser Für die Ermittlung der maximalen Beanspruchung mithilfe des Modells von Shinnar [75] ist die Kenntnis des maximalen Tropfendurchmessers $d_{P,max}$ erforderlich (siehe Gleichung 2.50 bzw. 2.51). Aus einer Vielzahl von Arbeiten ist bekannt, dass der Sauterdurchmesser proportional zum maximalen Tropfendurchmesser ist (Stamatoudis et al. [77], [78], [79], Wichterle [90]

[22] Anhand dieser Daten ($\overline{C}_0$, d_{32}) ist auch die Kalibrierkurve (siehe Gleichung 5.3) erstellt worden.

sowie Übersicht in ZHOU et. al [100]). Demnach ist der Sauterdurchmesser etwa 30 bis 60 Prozent kleiner als der größte Tropfen: $d_{32} = (0,4...0,7) \cdot d_{P,max}$. Bei den hier vorgestellten Arbeiten beträgt der Sauterdurchmesser etwa die Hälfte des größten Tropfens (siehe Tabelle 8.2), daher gilt:

$$d_{32} = (0,43...0,54) \cdot d_{P,max} \approx 0,48 \cdot d_{P,max}. \tag{5.18}$$

Dabei ist keine signifikante Abhängigkeit zum Rührertyp bzw. zu dessen Betriebsbedingungen (Drehfrequenz etc.) festgestellt worden.

5.3.2 Bewehrter Labormaßstab (DN200)

Trägheitsunterbereich? Die Analyse der experimentellen Resultate im Labormaßstab (DN200 → 6-Litermaßstab) erfolgte analog der Analyse im Technikumsmaßstab (DN400). Daher wurde zunächst eine Überprüfung hinsichtlich der Ausbildung des *Trägheitsunterbereichs* durchgeführt.

Im Labormaßstab betrug das Rührer- zu Behälterdurchmesserverhältnis vorwiegend $d/D = 0,49$ ($d = 97\ mm$). Dementsprechend kann der kleinste Makrowirbel mit:

$$\Lambda_{min} = 0,1 \cdot d_{min} \approx 9,7\ mm$$

abgeschätzt werden. Die Abmessungen des größten Mikrowirbels ist infolge der ähnlichen minimalen spezifischen Rührerleistungen ($\bar{\epsilon}_{min} \leq 0,01\ W/kg$) gleich dem im Technikumsmaßstab ($\rightarrow\ \lambda_{max} \approx 60\ \mu m$; siehe Gleichung 5.7). Folglich ist das sich einstellende minimale Größenverhältnis mit $(\Lambda/\lambda)_{min} \approx 162$ geringer als im Technikumsmaßstab ($\Lambda/\lambda \geq 200$). Das zeigt, dass nicht bei allen Versuchen im Labormaßstab die Ausbildung des *Trägheitsunterbereichs* garantiert ist. Eine Überprüfung diesbezüglich wurde für den 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,49$, $N_{min} = 75\ min^{-1}$) mithilfe der von Liepe [52] publizierten Beziehung (Gleichung 2.57, $c_D = 0,45$) durchgeführt. Somit ist der größte Mikrowirbel mit $\lambda_{max} = 44\ \mu m$ (Gleichung 2.14 mit ϵ_{max} aus Gleichung 2.57) etwa 220 mal kleiner als der Makrowirbel ($\rightarrow\ \Lambda/\lambda = 220$). Demzufolge sollte der *Trägheitsunterbereich* auch bei den Untersuchungen im Labormaßstab vorhanden sein.

Weiter soll an dieser Stelle die Tropfenbeanspruchung durch die Mikroturbulenz hinsichtlich des *Dissipations-* und *Trägheitsunterbereichs* beurteilt werden. Es wurde ein Sauterdurchmesser von $d_{32} \approx 220\ \mu m$ durch den 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,49$, $N = 75\ min^{-1}$, $\bar{\epsilon} = 0,011\ W/kg$) erzielt (siehe Abbildung 5.21). Das verdeutlicht, dass die erzielten Tröpfchen selbst bei diesen geringen Beanspruchungen kleiner als $6 \cdot \lambda = 6 \cdot 44\ \mu m = 264\ \mu m$ sind und demnach die Tröpfchen bei den Untersuchungen im Labormaßstab ebenfalls durch die Wirbel des *Dissipationsbereichs* beansprucht werden.

Vergleich mit Beanspruchungsmodell In der Abbildung 5.21 sind die Sauterdurchmesser in Abhängigkeit zur eingetragenen spezifischen Rührerleistung inklusive der entsprechenden Korrelationen (Beanspruchung im *Dissipationsbereich* $\rightarrow\ d_{32} \propto \bar{\epsilon}^{-1/3} = P/m^{-1/3}$ vgl. mit Gleichung 5.13) dargestellt. Die experimentell ermittelten, rührerspezifischen Konstanten $C_{P/m}$ zur Berechnung des Sauterdurchmesser sind ebenfalls in der Abbildung 5.21 zusammengefasst. Die mittleren, relativen Abweichungen $\overline{\nu}_{rel}$ (siehe Gleichung 5.10) sind wie schon im Technikumsmaßstab sehr gering. Dabei sind die Werte für den 6-Blatt-Scheibenrührer bei $P/m < 0,03\ W/kg$ nicht berücksichtigt worden.

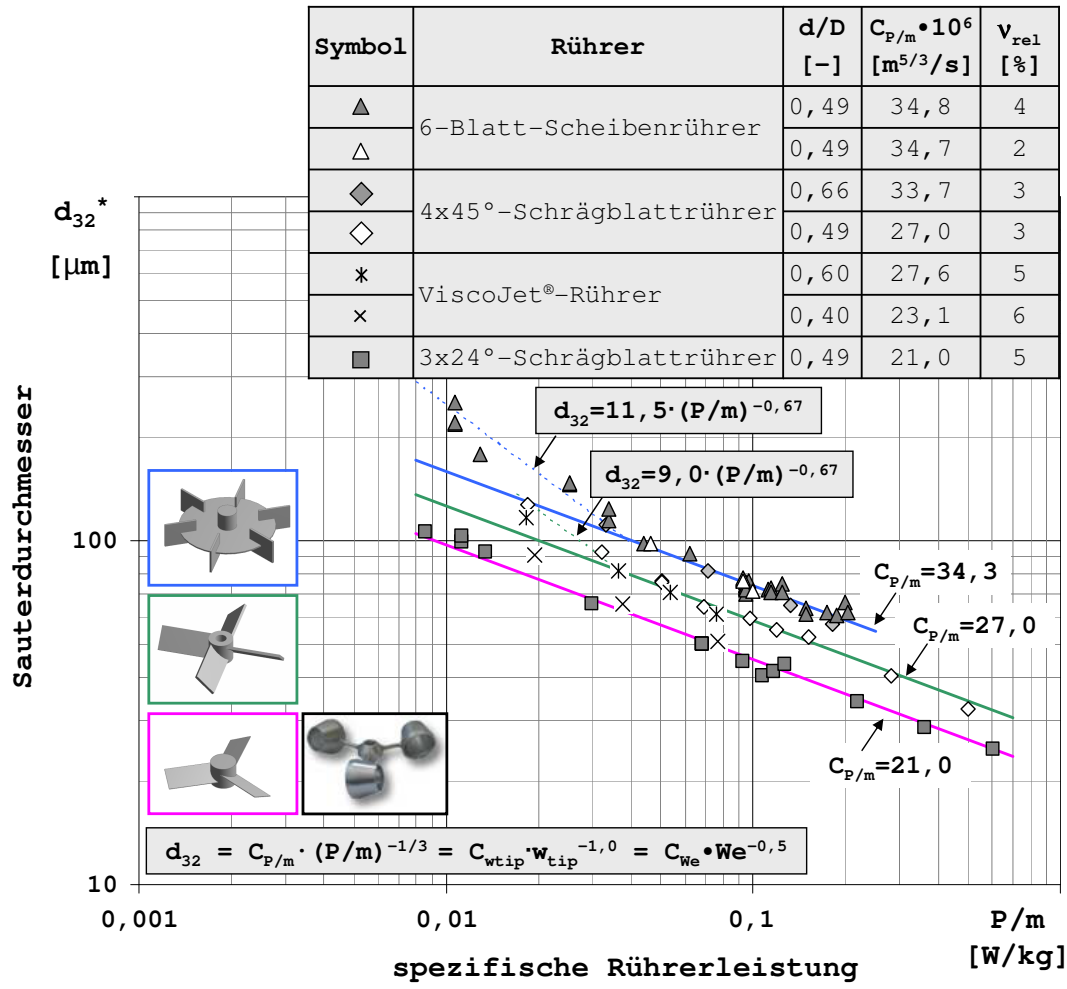


Abbildung 5.21: *Sauterdurchmesser als Funktion der spezifischen Rührerleistung im bewehrten DN200-Reaktor ($N_S = 4$, $H_S/D = 0,8$) sowie die Darstellung der Korrelation (durchgezogene Linien) für den* Dissipationsbereich *(mit $b = 1/3$ in Gleichung 5.13); Scheibenrührer: offenes Dreieck steht für $t = 1\ mm$ und geschlossenes Dreieck für $t = 3\ mm$*

Da bei diesen sehr kleinen spezifischen Leistungseinträgen die Sauterdurchmesser des 6-Blatt-Scheibenrührers signifikant größer sind als die Korrelation: $d_{32} \propto (P/m)^{-1/3}$. Daher wurde infolge der geringen Umwälzung vermutet, dass die stationäre Tropfengrößenverteilung noch nicht erreicht worden ist. Jedoch sind auch nach sehr langen Versuchszeiten (6 Stunden) die Änderungen des Sauterdurchmessers sehr gering (vgl. mit Abbildung 5.14 und $\Delta d_{32} < 0,05\ \mu m/min$), wodurch der quasistationäre Zustand auch für $P/m \leq 0,03\ W/kg$ garantiert ist. Weiter wurde oben gezeigt, dass das vorhandene Größenverhältnis der Wirbel mit $\Lambda/\lambda = 220$ größer als das von Liepe [52] geforderte Mindestverhältnis $\Lambda/\lambda \geq 150 - 200$ ist. Weiter wird in diesem Zusammenhang von Liepe [52] eine notwendige Reynoldszahl genannt, ab welcher die Strömung in Rühr-

ernähe vollturbulent ist. Für einen 6-Blatt-Scheibenrührer ist die Strömung erst ab etwa $Re \approx 14.000$ vollturbulent. Das bedeutet für die Versuche im DN200-Reaktor, *dass erst ab* $P/m \geq 0,02\ W/kg$ *(für* $d/D = 0,49$ *und* $Ne = 3,75$*)* ***die Strömung beim Einsatz des 6-Blatt-Scheibenrührers als vollturbulent betrachtet werden kann.*** Bei geringeren Werten für P/m ist auch die Turbulenz nicht vollkommen ausgebildet. Dementsprechend sind die ermittelten Sauterdurchmesser für $P/m \leq 0,02...0,03\ W/kg$ um bis zu 40 Prozent größer oder anders ausgedrückt, die Abhängigkeit des Sauterdurchmessers von der eingetragenen Leistung ist signifikant höher:

$$d_{32} \propto (P/m)^{-0,67}\,. \tag{5.19}$$

Werden in diesem Zusammenhang die Untersuchungen im Technikums-Reaktor (DN400 bei $P/m \leq 0,02\ W/kg$) erneut betrachtet, verdeutlichen die entsprechenden Reynoldszahlen ($Re \geq 26.000$), dass die Strömung in diesem Fall in der Rührernähe vollturbulent ist. In der Folge sind keine signifikanten Abweichungen vom Modell nach Shinnar [75], das heißt $d_{32} \propto (P/m)^{-1/3}$ festgestellt worden (siehe Abbildung 5.16). Hierdurch wird die Annahme gestützt, dass bei nicht vollausgebildeter Turbulenz die Partikelbeanspruchung zwar quantitativ geringer ist, jedoch ist die Abhängigkeit zur spezifischen Rührerleistung P/m bzw. zur Rührerumfangsgeschwindigkeit w_{tip} deutlich höher (Vgl. Gleichungen 2.55 und 5.19). In diesem Sinne gilt für den 4x45°-Schrägblattrührer ($d/D = 0,49$), dass im DN200-Labormaßstab das Beanspruchungsmodell nur für $P/m \geq 0,05\ W/kg$ gültig ist. Ist das nicht der Fall, tendieren die experimentellen Sauterdurchmesser ebenfalls zu höheren Werten (vgl. gestrichelte Linie in Abbildung 5.21). Ähnliche Effekte sind auch bei den Resultaten mit den ViscoJet®-Rührern zu erkennen (siehe Abbildung 5.21). Schlussfolgernd muss bei Versuchen in sehr kleinen Laborreaktoren (u.a. Gill et al. [26]) auf solche Phänomene geachtet werden.

Charakterisierung der Rührorgane Die Abbildung 5.21 und die Konstanten $C_{P/m}$ zeigen, dass der 6-Blatt-Scheibenrührer die größten Tropfen bei gleicher Rührerleistung produziert. Dabei konnten keine signifikanten Unterschiede zwischen den untersuchten Rührerblattstärken ($t = 1\ mm$ bzw. $t = 3\ mm$) festgestellt werden. Dagegen werden vom 3x24°-Schrägblattrührer trotz des gleichen Leistungseintrags ($P/m = \bar{\epsilon} = const.$) etwa 39 Prozent kleinere Tropfen erzeugt (Vgl. mit $C_{P/m} \cdot 10^6$=34,7 bzw. 21,0 $\rightarrow$ $\frac{21,0}{34,7} = 0,61$). *Das kann zunächst mit der signifikant höheren Rührerumfangsgeschwindigkeit des 3x24°-Schrägblattrührers erklärt werden.* Jedoch sind die Beanspruchungen (d_{32}) bei gleicher Rührerumfangsgeschwindigkeit auch nicht gleich (vgl. C_{wtip}-Werte in der Tabelle 5.8). So können z.B. bei $w_{tip} = 1\ m/s$ folgende Sauterdurchmesser ermittelt werden:

Tabelle 5.8: *Abhängigkeit des Sauterdurchmessers von der Rührerumfangsgeschwindigkeit bei konstanter spezifischer Rührerleistung:* $\bar{\epsilon} = 0,06\ W/kg$

Rührer	d/D [-]	Ne [-]	w_{tip} $[m/s]$	$C_{wtip} \cdot 10^6$ $[m^2 \cdot s^{-1}]$	d_{32} $[\mu m]$
6-Blatt-Scheibenrührer (t=1mm)	0,49	4,00	0,66	59	89
6-Blatt-Scheibenrührer (t=3mm)	0,49	3,75	0,68	60	89
6-Blatt-Scheibenrührer (t=6mm)	0,49	3,11	0,72	67	93
4x45°-Schrägblattrührer	0,66	1,68	0,72	62	86
4x45°-Schrägblattrührer	0,49	1,27	0,97	67	69
ViscoJet®-Rührer	0,60	0,61	1,08	76	71
ViscoJet®-Rührer	0,40	0,66	1,37	81	59
3x24°-Schrägblattrührer	0,49	0,34	1,51	81	54
3x24°-Schrägblattrührer ($\bar{\epsilon} = 0,014\ W/kg$)	0,49	0,34	0,92	81	89

- $d_{32} = C_{wtip} \cdot w_{tip}^{-1} = 60\ \mu m$ für den 6-Blatt-Scheibenrührer ($t = 3\ mm$)
- $d_{32} = C_{wtip} \cdot w_{tip}^{-1} = 81\ \mu m$ für den 3x24°-Schrägblattrührer

Für eine vergleichbare Beanspruchung ($d_{32} = const.$) muss demnach die Rührerumfangsgeschwindigkeit des 3x24°-Schrägblattrührers im direkten Vergleich zum 6-Blatt-Scheibenrührer etwa 35 Prozent höher sein[23]. Schlussfolgernd kann unter der Einbeziehung der gewonnenen Kenntnisse im Technikumsmaßstab festgehalten werden, dass bei

- *gleichem Leistungseintrag* ($P/V \propto \bar{\epsilon} = const.$) *der 6-Blatt-Scheibenrührer,*
- *gleicher Rührerumfangsgeschwindigkeit* ($w_{tip} = const.$) *der 3x24°-Schrägblattrührer*

schonender ist. Weiter ist eine *Vergrößerung des Rührerdurchmessers* hinsichtlich einer konstanten spezifischen Rührerleistung die schonendere Variante. Folglich sind etwa 20 Prozent größere Sauterdurchmesser möglich (vgl. 4x45°-Schrägblatt- und ViscoJet®-Rührer in der Abbildung 5.21). Dieser Effekt kann auch mit der reduzierten Rührerumfangsgeschwindigkeit, die mit dem steigenden Durchmesserverhältniss (d/D) einhergeht, erklärt werden (siehe Tabelle 5.8). Die Resultate in der Abbildung 5.21 belegen zudem die

[23] Vergleiche die Konstanten $C_{wtip} = 60 \cdot 10^{-6}\ m^2/s$ bzw. $81 \cdot 10^{-6}\ m^2/s$ (+35 Prozent) in der Tabelle 5.8. Folglich können die gleichen Sauterdurchmesser (z.B. $d_{32} = 89\ \mu m$) mit dem 6-Blatt-Scheibenrührer bei $w_{tip} = 0,68\ m/s$ und dem 3x24°-Schrägblattrührer bei $w_{tip} = 1,35 \cdot 0,68\ m/s = 0,92\ m/s$ erzielt werden.

Produktion **vergleichbarer Sauterdurchmesser durch *unterschiedliche Rührertypen***. Das bedeutet, dass mit verschiedenen Rührorganen bei gleichem Leistungseintrag die gleichen Tropfengrößen respektive Beanspruchungen erzeugt werden können. Hierzu ist lediglich eine Anpassung der Rührerumfangsgeschwindigkeit, z.B. durch die Variation des Rührerdurchmessers bzw. der Rührerblattanzahl oder -anstellwinkel, notwendig (vgl. auch mit Wu et al.[97]). Dieser Effekt wird anhand der Tabelle 5.8 deutlich, worin zu erkennen ist, *dass bei konstantem spezifischen Leistungseintrag der Sauterdurchmesser mit steigender Rührerumfangsgeschwindigkeit abnimmt.* Das bedeutet:

> ***„Das Rührorgan ist am beanspruchungsärmsten, welches für einen bestimmten spezifischen Leistungseintrag die geringste Rührerumfangsgeschwindigkeit benötigt."***

Demzufolge produzieren verschiedene Rührer bei gleichem Leistungseintrag sowie gleichen Rührerumfangsgeschwindigkeiten die gleichen Sauterdurchmesser bzw. Partikelbeanspruchungen. Ein Vergleich des 6-Blatt-Scheibenrührers mit dem 4x45°-Schrägblattrührer ($d/D = 0,66$) bzw. des 4x45°-Schrägblattrührers ($d/D = 0,49$) mit dem ViscoJet®-Rührer ($d/D = 0,6$) bestätigt dies (siehe Tabelle 5.8 und Abbildung 5.21).

5.3.3 Einfluss der Bewehrung auf die Partikelbeanspruchung

In Fermentationsreaktoren wird zum Teil auf den Einsatz von Stromstörern verzichtet, da die Reinigung (*CIP*) des Reaktors durch die Stromstörer behindert wird. Jedoch wird ohne eine Bewehrung die Durchmischung im Reaktor drastisch verschlechert. Daher besteht die Möglichkeit, die Rührer exzentrisch einzubauen bzw. andere Stromstörerformen (z.B. *Eckstromstörer* - siehe Abbildung 4.2) zu verwenden. Um das Verständnis für derartige Konfigurationen zu erhöhen, sind Untersuchungen bei verschiedenen Bewehrungszuständen durchgeführt worden. Zunächst wurde gänzlich auf die Stromstörer verzichtet. Variiert wurden die Rührer, deren Durchmesserverhältnisse sowie die Reaktordurchmesser (**Technikums- und Labormaßstab**). Die Abbildung 5.22 zeigt eindrucksvoll, dass alle gemessenen Sauterdurchmesser eindeutig mit der Rührerumfangsgeschwindigkeit korreliert werden können:

$$d_{32}\ [\mu m] = 112 \cdot w_{tip}^{-1,2}\ [m/s] \propto \bar{\epsilon}^{-0,4}. \tag{5.20}$$

Das bedeutet, dass unabhängig vom Rührer und/ oder der Reaktorgröße bei gleicher Rührerumfangsgeschwindigkeit die gleichen Beanspruchungen vorhanden sind. Erklärbar ist dieser Aspekt mit dem Geschwindigkeitsgradienten an den Rührerblattspitzen. Da ohne Stromstörer die Flüssigkeit im Reaktor rotiert, sind primär

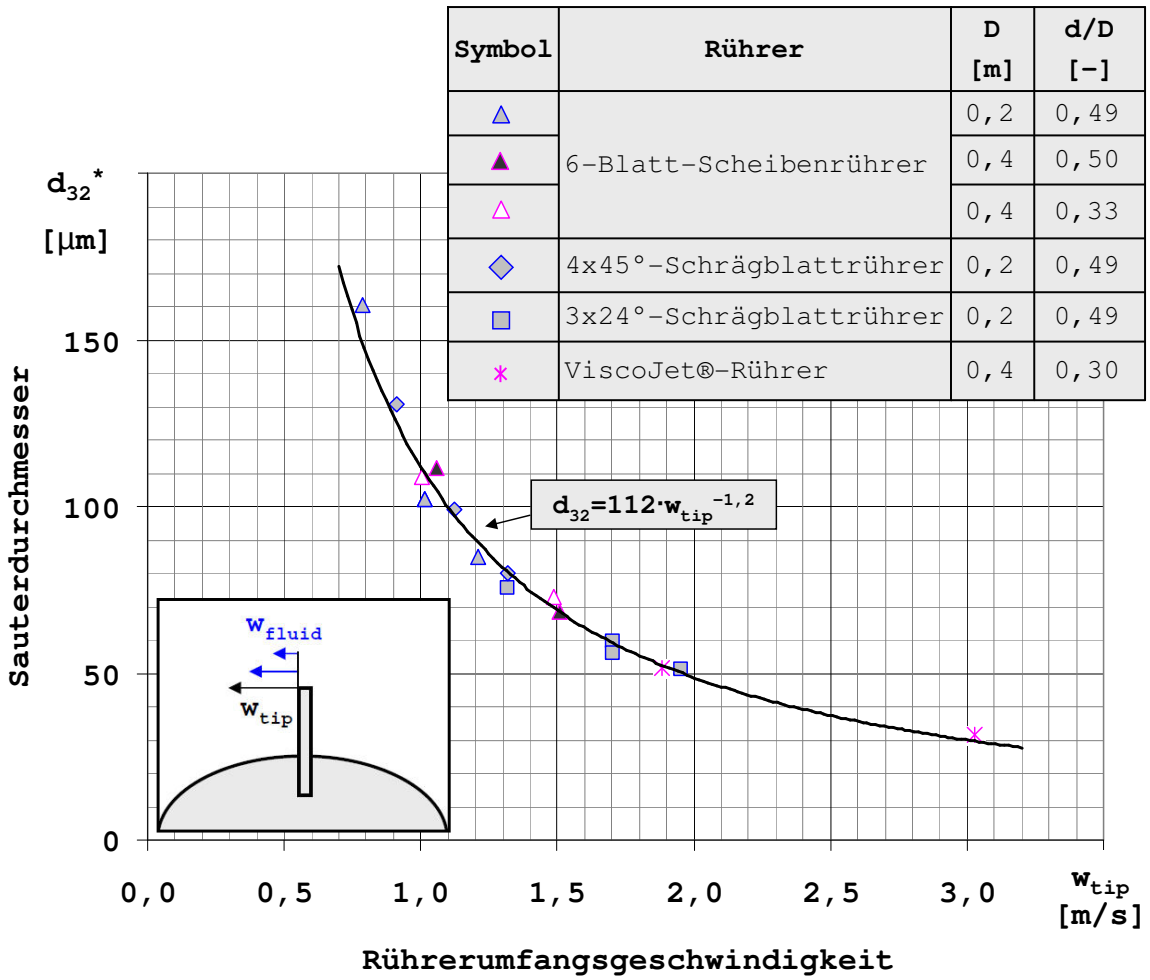


Abbildung 5.22: *Sauterdurchmesser als Funktion der Rührerumfangsgeschwindigkeit in unbewehrten Rührreaktoren ($H/D = 1$)*

tangentiale Geschwindigkeiten vorhanden. Somit stellt sich eine Geschwindigkeitsdifferenz zwischen dem Rührerblatt (w_{tip}) und der umgebenen Flüssigkeit (w_{fluid}) ein (vgl. mit Prinzipskizze in der Abbildung 5.22). Durch diese Geschwindigkeitsgradienten wird letztlich die Partikelbeanspruchung verursacht. Weiter bedeutet das, dass beim Eintauchen von Stromstörern die Rotation der Flüssigkeit behindert wird. Demzufolge steigt die Geschwindigkeitsdifferenz zwischen dem Rührerblatt und der Flüssigkeit, was letztlich zu höheren Partikelbeanspruchungen respektive kleineren Tropfen führt (siehe Abbildung 5.23). Als Maß für die Reduzierung der Fluidrotation kann die NEWTONzahl verwendet werden. Umso mehr die Flüssigkeit am Rotieren gehindert wird, desto größer ist die NEWTONzahl[24]. Die Experimente mit dem 6-Blatt-Scheibenrührer in einem DN400-Reaktor bestärken diese Interpretation. So wurden bei $w_{tip} = const. = 1\ m/s$

[24] Aus diesem Grund besitzen auch die Radialrührer im Vergleich zu den Axialrührern in bewehrten Reaktoren die höheren NEWTONzahlen.

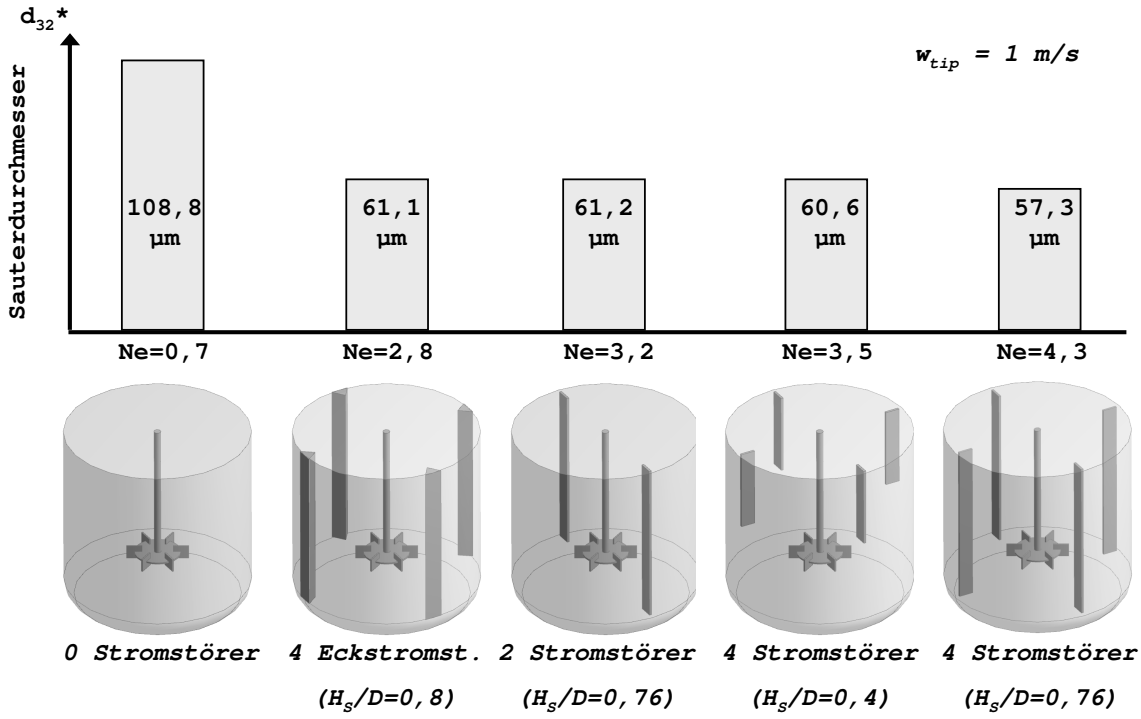


Abbildung 5.23: *Einfluss der Bewehrung (Stromstörer) auf den Sauterdurchmesser respektive der Partikelbeanspruchung bei gleicher Rührerumfangsgeschwindigkeit:* $w_{tip} = 1\ m/s$

ohne Stromstörer die höchsten Sauterdurchmesser gemessen (siehe Abbildung 5.23). Im Fall der voll eingetauchten Stromstörer ($N_S = 4$; $B_S/D = 0,08$; $H_S/D = 0,76$) ist die NEWTONzahl am größten, wodurch die kleinsten Tropfen produziert werden. Die anderen Beispiele: ***Eckstromstörer*** ($H_S/D = 0,8$), zwei Stromstörer mit $H_S/D = 0,76$ sowie vier Stromstörer mit $H_S/D = 0,4$ ordnen sich entsprechend der obigen Aussage ein. Ähnliche Versuche sind mit dem ViscoJet®-Rührer im Technikumsmaßstab bei $w_{tip} = 1,9\ m/s$ wiederholt worden. Dabei wurden keine sowie zwei bzw. vier Stromstörer ($B_S/D = 0,08$; $H_S/D = 0,76$) verwendet. Wieder ist eine Abnahme der Tropfengröße mit steigender NEWTONzahl respektive Geschwindigkeitsdifferenz festgestellt worden:

- 0 Stromstörer; $Ne = 0,29$; $d_{32} = 51,6\ \mu m$ (vgl. auch mit Gleichung 5.20)
- 2 Stromstörer; $Ne = 0,56$; $d_{32} = 42,7\ \mu m$
- 4 Stromstörer; $Ne = 0,60$; $d_{32} = 39,4\ \mu m$

Werden diese Messdaten als Funktion der spezifischen Rührerleistung aufgetragen (siehe Abbildung 5.23), ist zu erkennen, dass ein Rührertyp bei gleichem Leistungseintrag

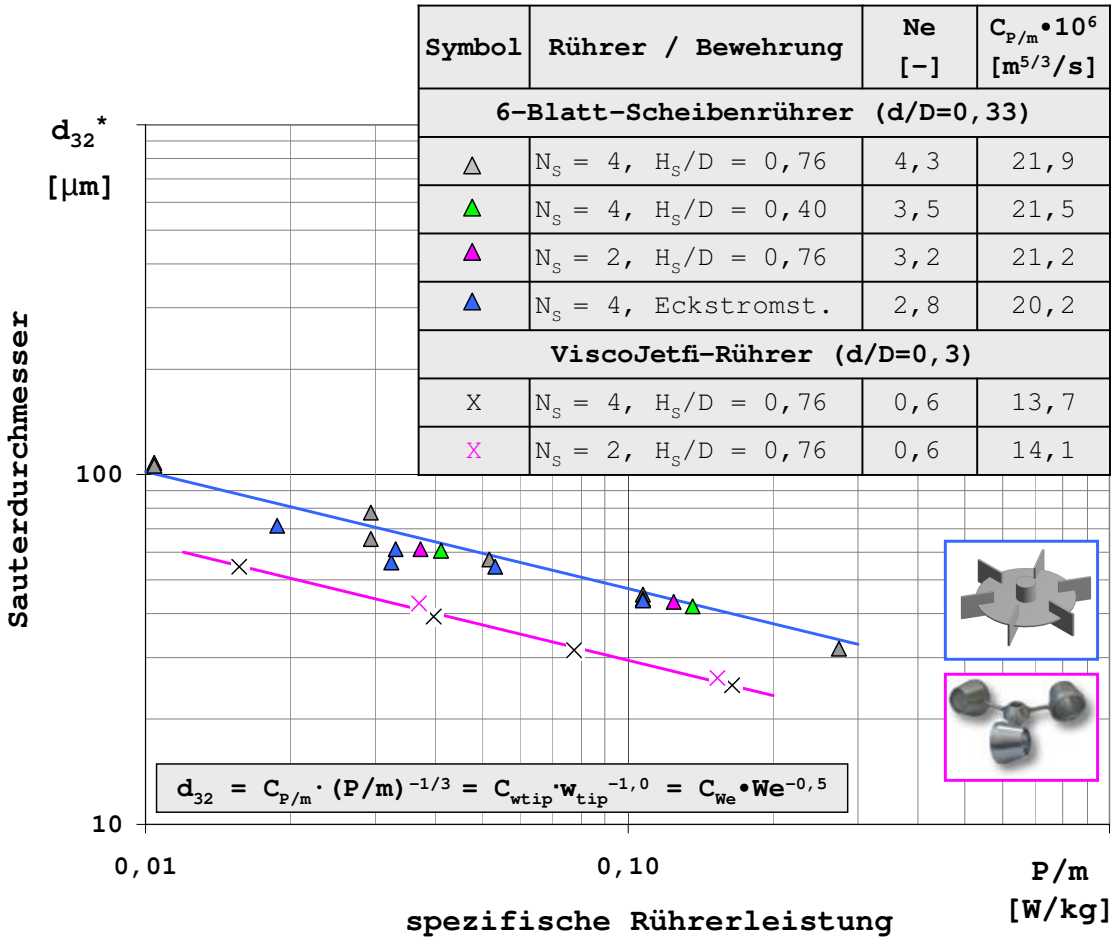


Abbildung 5.24: *Sauterdurchmesser als Funktion der spezifischen Rührerleistung für unterschiedliche Bewehrungszustände ($H/D = 1$, $B_S/D = 0,08$)*

annähernd die gleichen Sauterdurchmesser produziert. Demnach können die Sauterdurchmesser für unterschiedliche Bewehrungszustände annähernd durch eine Ausgleichskurve beschrieben werden ($\rightarrow d_{32} = C_{P/m} \cdot \bar{\epsilon}^{-1/3}$). Dies lässt sich infolge der sehr geringfügigen Änderungen der NEWTONzahlen erklären, wodurch die erforderlichen Rührerumfangsgeschwindigkeiten ebenfalls nur geringfügig verschieden sind. Auch weitere Untersuchungen im Labormaßstab (DN200) mit dem 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,49$; $N_S = 0,\ 2$ bzw. 4 bei $H_S/D = 0,8$) belegen, dass mit steigender Bewehrung ($\rightarrow$ zunehmender NEWTONzahl) kleinere Sauterdurchmesser erzielt werden.

Partikelbeanspruchung vs. Bewehrung Das nachstehende Beispiel (zylindrischer Reaktor mit $D = 0,4\ m$ und $H/D = 1$ inkl. 6-Blatt-Scheibenrührer mit d/D=0,33) soll verdeutlichen, dass auch bezüglich der Partikelbeanspruchung der Einsatz von Stromstörern zu bevorzugen ist. Im bewehrten Reaktor wurde bei $w_{tip} = 1,0\ m/s$ bzw. $N = 145\ min^{-1}$ ein Sauterdurchmesser von $d_{32} = 57\ \mu m$ experimentell bestimmt (siehe Abbildung 5.23).

Dies entspricht einem spezifischen Rührerleistungseintrag von $P/m \approx 0,05\ W/kg$ und einer Mischzeit von $t_H = 17\ s$ ($c_H = N \cdot t_H \approx 40$). Um die *gleiche Mischzeit* im unbewehrten Reaktor zu erreichen, muss die Rührerumfangsgeschwindigkeit $w_{tip} = 3,5\ m/s$ bzw. die Rührerdrehfrequenz $N = 500\ min^{-1}$ betragen, da $c_H \approx 140$ (siehe KRAUME [46], LIEPE [52] für $d/D = 0,4$). Der sich dabei einstellende Sauterdurchmesser, welcher mit der Gleichung 5.20 berechnet wird:

$$d_{32} = 112 \cdot 3,5^{-1,2} \approx 25\ \mu m,$$

ist ein Maß für die deutlich höhere Partikelbeanspruchung im unbewehrten Reaktor. Zudem würde bei diesem *extremen* Betriebszustand die Flüssigkeitstrombe garantiert den Rührer berühren (siehe Berechnung zur Trombentiefe in LIEPE [52] bzw. ZLOKARNIK [102]).

Eine weitere Betrachtung ist bei *gleicher Partikelbeanspruchung* möglich, das heißt beispielhaft bei einem Sauterdurchmesser von $d_{32} = 57\ \mu m$. Demnach ist im unbewehrten Reaktor eine Rührerumfangsgeschwindigkeit von $w_{tip} = 1,8\ m/s$ (Gleichung 5.20) bzw. $N = 260\ min^{-1}$ notwendig. Die entsprechende Mischzeit ($t_H = c_H/N = 140/4,33 = 32\ s$) ist dann noch immer *doppelt* so hoch wie im bewehrten Reaktor: $t_H = 17\ s$ bei $d_{32} = 57\ \mu m$. *Demzufolge muss geschlussfolgert werden, dass für einen Rührprozess unter der Voraussetzung der* ***gleichen Durchmischung (Mischzeit*** $t_H = const.$***) der Einsatz von Stromstörern hinsichtlich der Partikel- bzw. Zellbeanspruchung schonender ist.***

6 Numerische Arbeiten

6.1 Normal-, Scher- und Richtungsgradient

6.1.1 Motivation

Im Kapitel: *Stand des Wissens*[1] sowie *Experimentelle Ergebnisse*[2] wurde dargestellt, dass bei gleicher spezifischer Rührerleistung $\bar{\epsilon} = const.$ die Axialrührer, wie zum Beispiel ein Propeller- oder 3x24°-Schrägblattrührer, höhere Partikelbeanspruchungen respektive kleinere Tropfen/ Partikel produzieren als die Vertreter der Radialrührer (Blatt-, 6-Blatt-Scheibenrührer). In diesem Zusammenhang diskutierten Langer et al. [48], [49] und Wille et al. [91], [92], [93] den Einfluss von *Dehnströmungen* bezüglich der Partikelbeanspruchung. So sind Untersuchungen mit dem *Ton/ Polymer-Flockensystem* (siehe auch Biedermann [7] und Henzler [31], [32], [33], Hempel et al. [13], [14], [35], [36], [80], Pohlscheidt [63], [64], Tralles [84]) in einer speziellen Versuchsapparatur durchgeführt worden. In der Versuchsapparatur konnten der Einfluss der hydrodynamischen Beanspruchungen systematisch untersucht werden, indem:

- ***Dehnströmungen*** durch *konische Durchströmungsblenden* und
- ***Scherströmungen*** anhand von Rohrströmungen

realisiert worden sind. Die Versuchsresultate machen deutlich, dass bei gleichem Leistungseintrag in der *Dehnstrecke* wesentlich kleinere Flockendurchmesser erzielt worden sind als in der *Scherstrecke*. Folglich ist die Annahme von Langer et al. [48], [49], dass die beanspruchungsintensiveren Wirkungen der Normalspannungen, das heißt die *Dehnungen/ Stauchungen* auch in der Rührtechnik eine Rolle spielen, nicht unbegründet. Anhand von zweidimensionalen *PIV-Untersuchungen* bekräftigt Wille [91] diese Argumentation, indem seiner Ansicht nach die Axialrührer (3x24°-Schrägblattrührer) im Vergleich zu den Radialrührern (6-Blatt-Scheibenrührer) einen stärkeren Anteil von Dehnströmungen vorweisen. Dazu muss angefügt werden, dass diese Argumentation auf der Grundlage

[1] Vergleiche dazu die Untersuchungen von Henzler [32], [33] in der Abbildung 2.7 sowie die Ergebnisse von Wille [91] in der Tabelle 2.5.

[2] Siehe eigene Resultate in der Abbildung 5.16 (Technikumsmaßstab) und der Abbildung 5.21 (Labormaßstab).

der mittleren Strömungsgeschwindigkeiten $\bar{w}_i$ und nicht der turbulenten Schwankungsgeschwindigkeiten w_i' basiert. Weiterhin sind für die Beurteilung der makroskopischen Strömung hinsichtlich *Dehnung/ Stauchung und Scherung* nur die ***globalen Geschwindigkeitsgradienten*** in einer Ebene ($\rightarrow$ zweidimensional: radiale und axiale Geschwindigkeiten) betrachtet worden. Mithilfe der ***numerischen Fluiddynamik (CFD)*** ist es jedoch möglich, die ***lokalen Geschwindigkeitsgradienten*** aus den örtlichen Ableitungen der mittleren, simulierten Geschwindigkeiten zu berechnen. Dadurch stehen im Gegensatz zu den vorliegenden *PIV- und LDA-Untersuchungen* (siehe u.a. Baldi et al. [3], Gabriele et al. [22], Geisler [25], Schäfer [69], Werner [89], Wille [91], Zhou et al. [99]) *dreidimensionale Geschwindigkeitsfelder* zur Verfügung. ***Letztlich wird dadurch eine gezielte Analyse der makrokopischen Geschwindigkeitsgradienten hinsichtlich* Dehnung/ Stauchung und Scherung*, wie von* Langer *[49] bzw.* Wille *[91] diskutiert, erst möglich.***

6.1.2 Scherströmung zwischen zwei parallelen Platten

Definition Der ***Schergradient*** ist im Allgemeinen eine Änderung der Normalkomponenten der Geschwindigkeiten quer zur Strömungsrichtung (Vergleich mit der Scherströmung zwischen zwei parallelen Platten in der Abbildung 6.1 bzw. der Scherströmung in einer *Couette-Strömung*). Dahingegen beschreibt der ***Normalgradient*** eine Geschwindigkeitsänderung in Strömungsrichtung, das heißt Beschleunigungen (Dehnungen) bzw. Verzögerungen (Stauchungen).

> *Daraus muss das Fazit gezogen werden, dass die* Kenntnis der Strömungsrichtung *für Aussagen zu Normal- und Schergradienten unabdingbar ist.*

Am Beispiel einer *Scherströmung* zwischen zwei parallelen Platten wird diese Aussage erläutert. Wird die obere der beiden Platten mit der Kraft F bewegt, bildet sich eine Scherströmung in dem Spalt aus (siehe Abbildung 6.1). Die benötigte Kraft F geteilt durch die Plattenfläche A wird als *Schub- bzw. Scherspannung* bezeichnet:

$$\tau = \frac{F}{A}. \tag{6.1}$$

Der Schergradient ist in diesem Fall die Änderung der Geschwindigkeit w_x senkrecht zur Strömungsrichtung, das heißt in y-Richtung:

$$\dot{\gamma} = \frac{\partial w_x}{\partial y}. \tag{6.2}$$

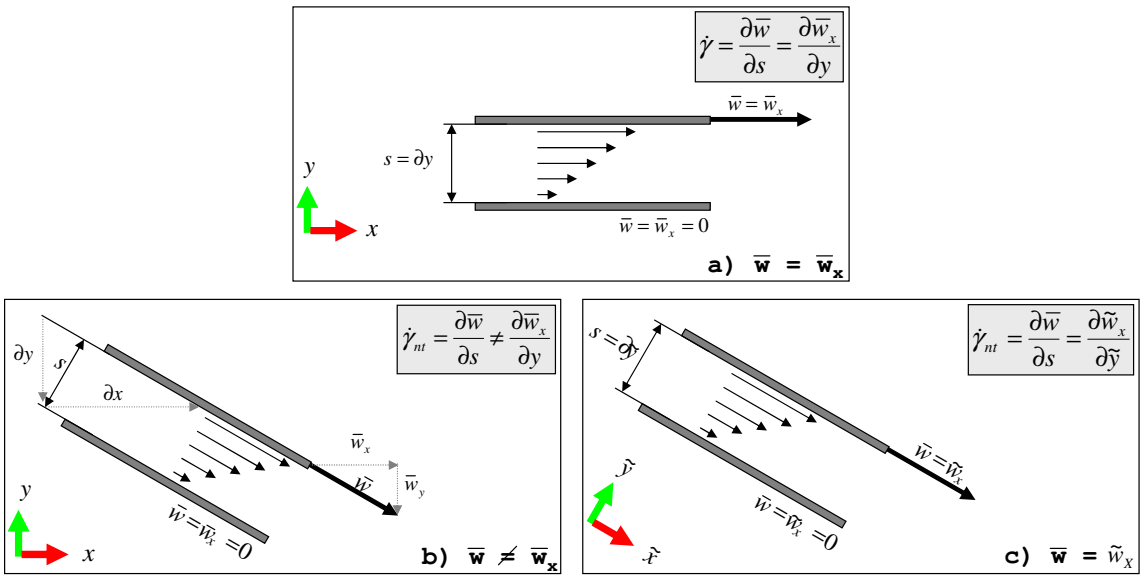


Abbildung 6.1: *Scherströmung zwischen zwei parallelen Platten:* ***a)*** *Strömungsrichtung ist parallel der x-Koordinate;* ***b)*** *Strömungsrichtung ist nicht parallel zur x-Koordinate und* ***c)*** *Strömungsrichtung ist parallel zur $\tilde{x}$-Koordinate des lokalen Koordinatensystems*

In dreidimensionalen Strömungen ist die Betrachtung komplizierter. Daher werden alle Gradienten in einem Tensor zusammengefasst. Bezogen auf ein kartesisches Koordinatensystem mit den Komponenten x, y und z lässt sich der *Tensor der Geschwindigkeitsgradienten* wie folgt formulieren:

$$D = \begin{pmatrix} \frac{\partial \bar{w}_x}{\partial x} & \frac{\partial \bar{w}_x}{\partial y} & \frac{\partial \bar{w}_x}{\partial z} \\ \frac{\partial \bar{w}_y}{\partial x} & \frac{\partial \bar{w}_y}{\partial y} & \frac{\partial \bar{w}_y}{\partial z} \\ \frac{\partial \bar{w}_z}{\partial x} & \frac{\partial \bar{w}_z}{\partial y} & \frac{\partial \bar{w}_z}{\partial z} \end{pmatrix}. \tag{6.3}$$

Daraus wird mithilfe der Spur $tr(A)$, das heißt der Summe der Diagonalelemente einer Matrix A, der Geschwindigkeitsgradient:

$$\dot{\gamma} = \sqrt{\frac{1}{2} tr\left(D + D^T\right)^2} \tag{6.4}$$

beziehungsweise:

$$\begin{aligned} \dot{\gamma}^2 = 2 \cdot \left(\frac{\partial \bar{w}_x}{\partial x}\right)^2 + 2 \cdot \left(\frac{\partial \bar{w}_y}{\partial y}\right)^2 + 2 \cdot \left(\frac{\partial \bar{w}_z}{\partial z}\right)^2 + \\ \left(\frac{\partial \bar{w}_x}{\partial y} + \frac{\partial \bar{w}_y}{\partial x}\right)^2 + \left(\frac{\partial \bar{w}_x}{\partial z} + \frac{\partial \bar{w}_z}{\partial x}\right)^2 + \left(\frac{\partial \bar{w}_y}{\partial z} + \frac{\partial \bar{w}_z}{\partial y}\right)^2 \end{aligned} \tag{6.5}$$

ermittelt. Diese Zusammenfassung der einzelnen Gradienten des Tensors zu einem mittleren *Geschwindigkeitsgradienten* wird im *CFX-Post Prozessor* als SHEAR STRAIN RATE

kurz *sstrnr*, was übersetzt *Schergradient* bedeutet, ausgegeben (ANSYS [2]). Wobei diese SHEAR STRAIN RATE nicht dem *Schergradienten*, der oben definiert wurde, entspricht. ***Vielmehr wird durch die Gleichung 6.5 ein invarianter*** **Geschwindigkeitsgradient*, der Normal- und Schergradienten beeinhaltet, ausgedrückt.*** Für den *reinen* Schergradienten bedeutet das, dass unter der Voraussetzung, dass die Strömungsrichtung parallel zu einer Koordinate ist, der Schergradient auf der Basis der einzelnen Geschwindigkeitsgradienten des globalen Tensors berechnet werden kann (siehe Abbildung 6.1-a). Ist dies jedoch nicht der Fall, kann die Scherung bzw. die Dehnung nicht ohne Weiteres aus den einzelnen Geschwindigkeitsgradienten der Gleichung 6.5 bzw. des globalen Tensors (Gleichung 6.3) bestimmt werden (Abbildung 6.1-b). Infolgedessen ist für die Betrachtung der *reinen* Scher- bzw. Normalgradienten ein lokales Koordinatensystem für ***jeden*** Betrachtungspunkt von großem Nutzen. Dazu wird das lokale Koordinatensystem in Strömungsrichtung ausgerichtet, wodurch eine Analyse bezüglich Dehnung und Scherung möglich ist (siehe Abbildung 6.1-c). Das ist ein wesentlicher Aspekt, der in der Vergangenheit bisher nicht berücksichtigt worden ist (siehe BALDI et al. [3], LANGER [49], RIEST [67], [68], WILLE [91]).

6.1.3 Tensor der strömungsabhängigen Geschwindigkeitsgradienten

Tranformationsmatrix In diesem Abschnitt wird die Herleitung des ***lokalen Koordinatensystems***, welches an die lokale Strömungsrichtung gekoppelt ist, thematisiert. Durch die Zusammenarbeit mit KRAUSE [47] wurde eine orthogonale Transformationsmatrix C bestimmt, mit welcher aus dem globalen Tensor D (siehe Gleichung 6.3) der lokale, von der Strömungsrichtung abhängige Tensor:

$$\tilde{D} = \begin{pmatrix} \frac{\partial \tilde{w}_x}{\partial \tilde{x}} & \frac{\partial \tilde{w}_x}{\partial \tilde{y}} & \frac{\partial \tilde{w}_x}{\partial \tilde{z}} \\ \frac{\partial \tilde{w}_y}{\partial \tilde{x}} & \frac{\partial \tilde{w}_y}{\partial \tilde{y}} & \frac{\partial \tilde{w}_y}{\partial \tilde{z}} \\ \frac{\partial \tilde{w}_z}{\partial \tilde{x}} & \frac{\partial \tilde{w}_z}{\partial \tilde{y}} & \frac{\partial \tilde{w}_z}{\partial \tilde{z}} \end{pmatrix} \tag{6.6}$$

durch die Beziehung

$$\tilde{D} = C \cdot D \cdot C^T \tag{6.7}$$

berechnet werden kann. Folglich können anhand dieses *lokalen Tensors der Geschwindigkeitsgradienten* (Gleichung 6.6) die *Normalgradienten* ($\partial \tilde{w}_x / \partial \tilde{x}$) ermittelt werden. Die erforderliche *Transformationsmatrix* C:

$$C = \begin{pmatrix} \vec{w}_{C1} \\ \vec{w}_{C2} \\ \vec{w}_{C3} \end{pmatrix} \tag{6.8}$$

ist dementsprechend aus *drei einzelnen, senkrecht zueinander stehenden Vektoren* aufgebaut. Im Einzelnen sind das *der normierte Geschwindigkeitsvektor*:

$$\vec{w}_{C1} = \begin{pmatrix} \frac{\bar{w}_x}{\bar{w}} \\ \frac{\bar{w}_y}{\bar{w}} \\ \frac{\bar{w}_z}{\bar{w}} \end{pmatrix} \tag{6.9}$$

mit

$$\bar{w} = \sqrt{\bar{w}_x^2 + \bar{w}_y^2 + \bar{w}_z^2} \tag{6.10}$$

durch den die **Strömungsrichtung** definiert ist. Zudem wird das lokale Koordinatensystem mit der $\tilde{x}$-Achse in Strömungsrichtung ausgerichtet, das heißt die $\tilde{x}$-Achse ist ***immer*** parallel zur Strömungsrichtung respektive zum Geschwindigkeitsvektor $\vec{w}_{C1}$ (Vergleiche auch Abbildung 6.1-c). Senkrecht zu diesem Geschwindigkeitsvektor $\vec{w}_{C1}$ wird ein weiterer (normierter) Vektor definiert:

$$\vec{w}_{C2} = \begin{pmatrix} \frac{\bar{w}_y - \bar{w}_z}{\bar{w}_O} \\ \frac{\bar{w}_z - \bar{w}_x}{\bar{w}_O} \\ \frac{\bar{w}_x - \bar{w}_y}{\bar{w}_O} \end{pmatrix} \tag{6.11}$$

mit

$$\bar{w}_O = \sqrt{(\bar{w}_y - \bar{w}_z)^2 + (\bar{w}_z - \bar{w}_x)^2 + (\bar{w}_x - \bar{w}_y)^2}. \tag{6.12}$$

In der Folge ist das Produkt des transponierten Vektors der Gleichung 6.9 mit dem Vektor der Gleichung 6.11 gleich Null[3]:

$$\vec{w}_{C1}^T \cdot \vec{w}_{C2} = 0. \tag{6.13}$$

Der dritte Vektor ist jeweils senkrecht zu den ersten beiden Vektoren. Dies wird durch das Kreuzprodukt erreicht:

$$\vec{w}_{C3} = \vec{w}_{C1} \times \vec{w}_{C2}. \tag{6.14}$$

Eine ausführliche, *mathematische* Herleitung dieser Beziehungen wurde von Krause [47] publiziert. Abschließend können die lokalen Geschwindigkeitsgradienten mithilfe der

[3] Dadurch wird bewiesen, dass diese beiden Vektoren senkrecht zueinander sind.

Gleichung 6.7 sowie der *Transformationsmatrix* C (Gleichung 6.8) berechnet und im lokalen Tensor (Gleichung 6.6) bzw. im invarianten Geschwindigkeitsgradienten:

$$\dot{\gamma}^2 = \tilde{\dot{\gamma}}^2 = 2 \cdot \left(\frac{\partial \tilde{w}_x}{\partial \tilde{x}}\right)^2 + 2 \cdot \left(\frac{\partial \tilde{w}_y}{\partial \tilde{y}}\right)^2 + 2 \cdot \left(\frac{\partial \tilde{w}_z}{\partial \tilde{z}}\right)^2 + \left(\frac{\partial \tilde{w}_x}{\partial \tilde{y}} + \frac{\partial \tilde{w}_y}{\partial \tilde{x}}\right)^2 + \left(\frac{\partial \tilde{w}_x}{\partial \tilde{z}} + \frac{\partial \tilde{w}_z}{\partial \tilde{x}}\right)^2 + \left(\frac{\partial \tilde{w}_y}{\partial \tilde{z}} + \frac{\partial \tilde{w}_z}{\partial \tilde{y}}\right)^2 \tag{6.15}$$

zusammengefasst werden.

6.1.4 Definition der Normal-, Scher- und Richtungsgradienten

Da, wie bereits oben erwähnt, die $\tilde{x}$-Achse des lokalen Koordinatensystems in Strömungsrichtung ausgerichtet ist, kann der *Normalgradient*[4], der die Geschwindigkeitsänderungen in Strömungsrichtung (Dehnung, Stauchung) beschreibt, durch den ersten Term in der Gleichung 6.15 bestimmt werden:

$$\dot{\gamma}_{nn} = \sqrt{2 \left(\frac{\partial \tilde{w}_x}{\partial \tilde{x}}\right)^2}. \tag{6.16}$$

Der *Schergradient*[5], das heißt eine Geschwindigkeitsänderung senkrecht zur Strömungsrichtung (hier $\tilde{x}$), wird dementsprechend aus dem vierten und fünften Term der Gleichung 6.15 ermittelt:

$$\dot{\gamma}_{nt} = \sqrt{\left(\frac{\partial \tilde{w}_x}{\partial \tilde{y}} + \frac{\partial \tilde{w}_y}{\partial \tilde{x}}\right)^2 + \left(\frac{\partial \tilde{w}_x}{\partial \tilde{z}} + \frac{\partial \tilde{w}_z}{\partial \tilde{x}}\right)^2}. \tag{6.17}$$

Die restlichen Gradienten (zweiter, dritter und sechster Term der Gleichung 6.15) werden zu einem *Richtungsgradienten*[6] zusammengefasst:

$$\dot{\gamma}_{tt} = \sqrt{2 \cdot \left(\frac{\partial \tilde{w}_y}{\partial \tilde{y}}\right)^2 + 2 \cdot \left(\frac{\partial \tilde{w}_z}{\partial \tilde{z}}\right)^2 + \left(\frac{\partial \tilde{w}_y}{\partial \tilde{z}} + \frac{\partial \tilde{w}_z}{\partial \tilde{y}}\right)^2}. \tag{6.18}$$

Durch den *neu definierten Richtungsgradienten* können die Zonen lokalisiert werden, wo die Strömungsrichtung zu den Nachbarpunkten abweicht. Für das Beispiel in der Abbildung 6.1 würde dies bedeuten, dass die Strömung zwischen den Platten nicht mehr parallel ist. Dieser Zustand ist auch in komplexen Strömungen, wie sie in Rührbehältern vorzufinden sind, vorhanden. In der Folge werden an einem bestimmten Betrachtungspunkt in solchen Strömungen auch die Anwesenheit aller drei Gradienten erwartet.

[4] Änderung der **N**ormalkomponente der Geschwindigkeit in **N**ormalrichtung $\rightarrow \dot{\gamma}_{nn}$
[5] Änderung der **N**ormalkomponente der Geschwindigkeit in **t**angentialer Richtung $\rightarrow \dot{\gamma}_{nt}$
[6] Änderung der **T**angentialkomponente der Geschwindigkeit in **t**angentialer Richtung $\rightarrow \dot{\gamma}_{tt}$

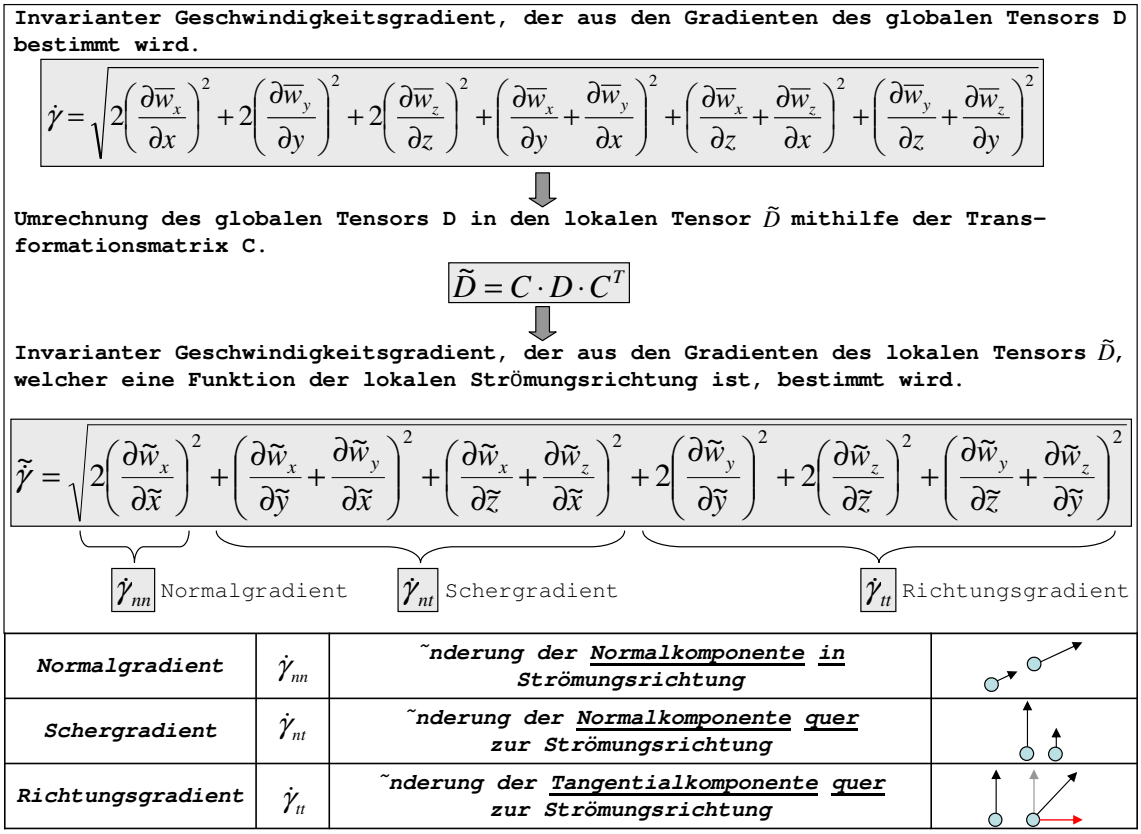


Abbildung 6.2: *Zusammenhang zwischen lokalem und globalem* Tensor der Geschwindigkeitsgradienten *sowie der Normal-, Scher- und Richtungsgradienten*

Die Gleichung 6.19 verdeutlicht den Zusammenhang der drei hergeleiteten Gradienten, die durch eine einfache Vektoraddition zum Geschwindigkeitsgradienten der Gleichung 6.5 (globales Koordinatensystem) und 6.15 (lokales Koordinatensystem) zusammengefasst werden können:

$$\dot{\gamma} = \tilde{\dot{\gamma}} = \sqrt{\dot{\gamma}_{nn}^2 + \dot{\gamma}_{nt}^2 + \dot{\gamma}_{tt}^2}. \tag{6.19}$$

Zusammengefasst sind die *Normal-, Scher- und Richtungsgradienten* unabhängig vom globalen, allerdings abhängig vom lokalen Koordinatensystem. Daher sollen diese Gradienten nachfolgend auch als ***strömungsabhängige Geschwindigkeitsgradienten*** bezeichnet werden. Abschließend ist mit der hier vorgestellten Methode (siehe auch Übersicht in der Abbildung 6.2) eine Analyse der *Scher- und Normalgradienten* bezüglich der klassischen Definition möglich.

6.2 Fluidströmung in einer Messblende

Die bisherigen Darstellungen zu den *Normal-, Scher- und Richtungsgradienten* sind anschließend im vorhandenen *CFD-Softwarepaket (*ANSYS CFX *11.0 bzw. 12.0)* mithilfe der ***C**FX-**E**xpression-**L**anguage* (kurz *CEL*) implementiert worden. Zunächst wurde eine einfache turbulente Strömung in einer Messblende betrachtet. Der Rohrinnendurchmesser wurde mit $d_1 = 25,0\ mm$ und der Blendendurchmesser mit $d_2 = 18,7\ mm$ gewählt (siehe Abbildung 6.3). Daraus ergibt sich ein Öffnungsverhältnis von $m = A_2/A_1 = 0,56$. Die Strömungsgeschwindigkeit des Wassers ($T = 25°C \rightarrow\ \ \nu = 0,89 \cdot 10^{-6}\ m^2/s;\ \rho = 997,05\ kg/m^3$) im freien Querschnitt wurde mit $\bar{w} = 1\ m/s$ ($\dot{V} = 0,49\ L/s$) definiert, wodurch eine REYNOLDSzahl (Gleichung 2.1) von $Re \approx 28.100 >> 2.300$ berechnet werden kann. In der Abbildung 6.3 ist das simulierte Strömungsprofil durch die Messblende dargestellt. Dabei wurde das ***S**hear-**S**tress-**T**urbulence Modell* (kurz: *SST*) verwendet und die Blende mit ungefähr 175.000 Kontrollvolumina (vorwiegend Tetreader) aufgelöst[7]. Die Abbildung 6.3 verdeutlicht anhand der roten Bereiche die Zonen mit sehr großen sowie der blauen Bereiche die Zonen mit den niedrigen Geschwindigkeiten. Es wird deutlich, dass durch die Querschnittsverengung die Strömungsgeschwindigkeit stark zunimmt. Aus der Strömungsmechanik ist bekannt, dass folgender Zusammenhang zwischen den mittleren Strömungsgeschwindigkeiten besteht (BOHL [10], SUREK et al. [82]):

$$\frac{\bar{w}_1}{\bar{w}_2} = \left(\frac{d_2}{d_1}\right)^2. \tag{6.20}$$

Dementsprechend kann für die mittlere Strömungsgeschwindigkeit im verengten Querschnitt $\bar{w}_2 = 1,8\ m/s$ abgeleitet werden. Jedoch ist die Geschwindigkeit infolge der *Strahlkontraktion*, wodurch der effektive Querschnitt ($d_{2,eff}$) reduziert wird, höher (siehe auch Abbildung 6.3). In diesem Zusammenhang sind auch die typischen, rückläufigen[8] Wirbel nach der Blende an der Rohrwandung zu erkennen. Infolge dieser Rückströmung wird die Strömungsgeschwindigkeit in der Rohrmitte deutlich erhöht ($\rightarrow\ w_{max} = 2,3\ m/s$).

In der Abbildung 6.3 ist jeweils ein Richtungsvektor in der Mitte der Blende dargestellt, der die Absolutgeschwindigkeit an dieser Stelle veranschaulicht (grauer Vektor). Da an dieser Stelle für die linke Darstellung die Strömungsgeschwindigkeit allein durch die X-Komponenten $\bar{w}_x$ ($\bar{w}_y = \bar{w}_z = 0$ siehe auch Tabelle 6.1) beschrieben wird, das heißt $\bar{w} = \bar{w}_x$ (vgl. auch mit Abbildung 6.1-a), kann mittels des Gradienten $\partial\bar{w}_x/\partial x$ der Normalgradient wie folgt ermittelt werden:

[7] Dies entspricht einer mittleren Kantenlänge von 1,7 Millimetern. Im Bereich der Blende (Bereich I und II - siehe Abbildung 6.3) wurde das Gitter verfeinert, sodass in diesem Bereich eine mittlere Kantenlänge von etwa 1 Millimeter vorhanden ist.

[8] Das Fluid strömt der eigentlichen Strömung entgegen.

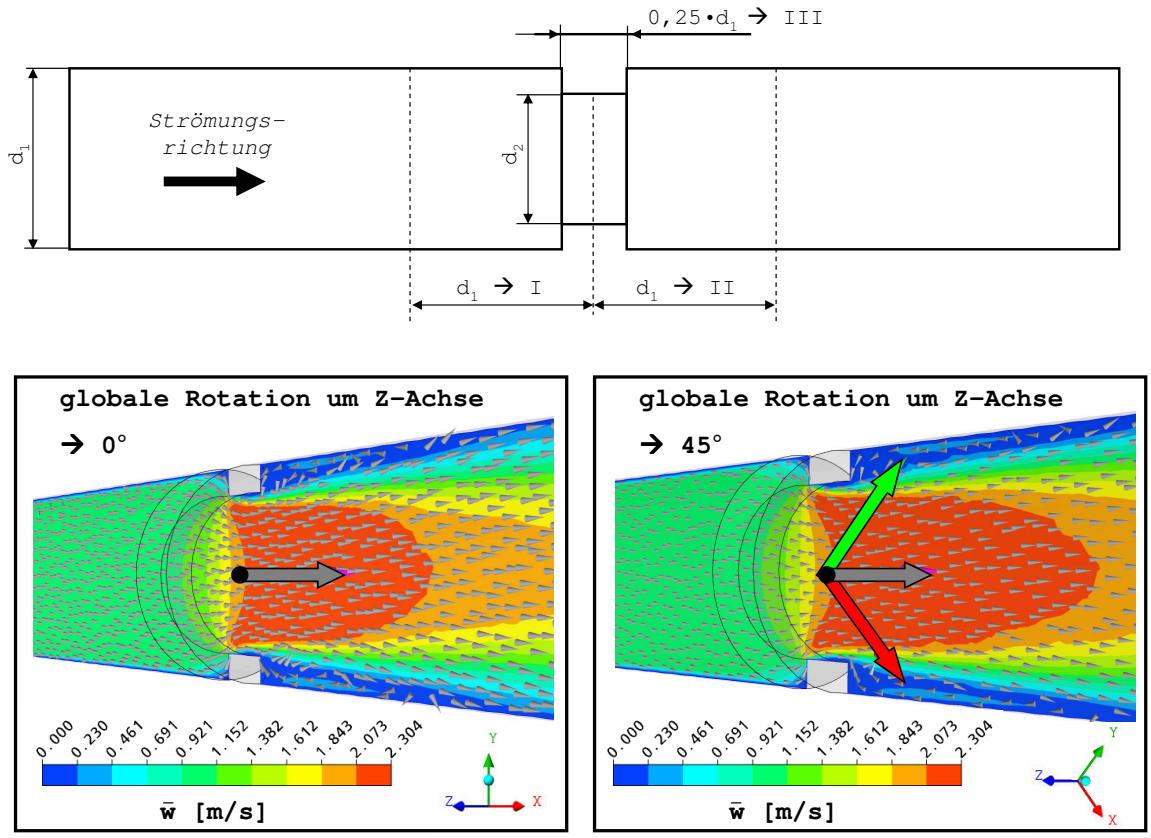


Abbildung 6.3: *Prinzipskizze der Messblende (oben) sowie simuliertes Strömungsprofil (unten)*

$$\dot{\gamma}_{nn} = \sqrt{2 \cdot \left(\frac{\partial \bar{w}_x}{\partial x}\right)^2}. \tag{6.21}$$

Der simulierte Gradient beträgt in der Mitte der Blende $\partial \bar{w}_x / \partial x = 74,1\ s^{-1}$, wodurch der Normalgradient zu $\dot{\gamma}_{nn} = 104,8\ s^{-1}$ berechnet werden kann. Zudem wurde an dieser Stelle der invariante Geschwindigkeitsgradient ermittelt: $\dot{\gamma} = 128,5\ s^{-1}$. Demzufolge beträgt der Anteil des Normalgradienten in der Mitte der Blende etwa *67 Prozent*[9]. Durch die Rotation des globalen Koordinatensystems um 45 Grad um die *z-Achse*, bei gleichem Berechnungsgitter, verändert sich demnach das Strömungsprofil nicht wesentlich (vgl. Abbildung 6.3 und beachte globales Koordinatensystem unten rechts). Entscheidend ist dennoch, dass die Absolutgeschwindigkeit an dem betrachteten Punkt in der Mitte der Blende gegenwärtig zu gleichen Teilen durch $\bar{w}_y$ (grüner Vektorpfeil) *und* $\bar{w}_x$ (roter Vektorpfeil) beschrieben wird (siehe auch Tabelle 6.1 mit $\bar{w}_x = \bar{w}_y = 1,4\ m/s$). *Hierdurch kann der Normalgradient nicht mehr allein durch einen der Gradienten ($\partial \bar{w}_x/\partial x$; $\partial \bar{w}_y/\partial y$; $\partial \bar{w}_z/\partial z$) berechnet werden, wie das von* Riest *[67], [68] zum Beispiel dargestellt worden ist.* Um diesen wichtigen Aspekt weiter zu verdeutlichen, sind in der Tabelle 6.1

[9] $2 \cdot (\partial \bar{w}_x/\partial x)^2 / \dot{\gamma}^2 = 2 \cdot 74,1^2 / 128,5^2 = 0,67$; Vgl. mit Gleichung 6.5

Tabelle 6.1: *Ergebnisse der numerischen Simulation von der Fluidströmung durch eine Messblende; die Resultate sind für einen fixen Punkt in der Mitte der Messblende (vgl. mit Abbildung 6.3) ermittelt worden*

Parameter		**0°**	**15°**	**30°**	**45°**	**75°**	**90°**
$\bar{w}_x$	$[m/s]$	2,0	1,9	1,7	1,4	0,5	0,0
$\bar{w}_y$	$[m/s]$	0,0	0,5	1,0	1,4	1,9	2,0
$\bar{w}_z$	$[m/s]$	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
$\bar{w}$	$[m/s]$	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
$\partial\bar{w}_x/\partial x$	$[s^{-1}]$	74,1	66,2	45,4	18,9	29,1	36,7
$\partial\bar{w}_y/\partial y$	$[s^{-1}]$	36,7	29,2	8,0	18,9	66,0	74,1
$\partial\bar{w}_z/\partial z$	$[s^{-1}]$	37,7	37,3	37,8	38,2	37,3	37,7
$\partial\bar{w}_x/\partial y$	$[s^{-1}]$	0,2	28,1	47,1	53,4	28,4	0,4
$\partial\bar{w}_y/\partial x$	$[s^{-1}]$	0,4	28,2	47,2	53,6	28,6	0,2
$\partial\bar{w}_x/\partial z$	$[s^{-1}]$	1,4	1,2	0,8	0,8	0,6	0,3
$\partial\bar{w}_z/\partial x$	$[s^{-1}]$	2,1	1,7	1,0	0,8	0,2	0,4
$\partial\bar{w}_y/\partial z$	$[s^{-1}]$	0,3	0,0	0,1	0,5	1,0	1,4
$\partial\bar{w}_z/\partial y$	$[s^{-1}]$	0,4	0,9	1,0	0,7	1,9	2,1
$\dot{\gamma} = \tilde{\dot{\gamma}}$	$[s^{-1}]$	128,5	128,2	126,5	125,7	128,2	128,5
$\dot{\gamma}_{nn}$	$[s^{-1}]$	104,8	104,5	103,1	102,4	104,5	104,8
$\dot{\gamma}_{nt}$	$[s^{-1}]$	1,8	1,6	1,0	0,5	1,7	1,8
$\dot{\gamma}_{tt}$	$[s^{-1}]$	74,4	74,2	73,3	72,9	74,3	74,4

die einzelnen *globalen Gradienten* in Abhängigkeit der globalen Rotation um die z-Achse dargestellt. Anhand dieser Gradienten kann die *Shear Strain Rate* bzw. der *invariante Geschwindigkeitsgradient* $\dot{\gamma}$ berechnet werden. Zudem wird deutlich, dass die Gradienten:

$$\frac{\partial\bar{w}_x}{\partial x}, \frac{\partial\bar{w}_y}{\partial y}, \frac{\partial\bar{w}_z}{\partial z}$$

nicht als Normalgradienten gedeutet werden dürfen. Vielmehr verändern sich die einzelnen Gradienten mit der Rotation um die z-Achse, wobei die *Shear Strain Rate* $\dot{\gamma}$ nahezu konstant, das heißt invariant ist[10]. Wird das gesamte Berechnungsgebiet (Gitter) global um 90° um die z-Achse rotiert, kann der Normalgradient wieder durch einen einzelnen *globalen Gradienten* ($\rightarrow \partial\bar{w}_y/\partial y$) beschrieben werden. Schließlich ist wie bereits oben erwähnt, die Kenntnis der Strömungsrichtung an dem zu betrachtenden Punkt notwendig,

[10] Diese leichte Veränderung der *Shear Strain Rate* $\dot{\gamma}$ in Abhängigkeit der Rotation ist auf die numerische Diffusion zurückzuführen. Demnach ist die *Shear Strain Rate* bei 45° am geringsten ($\dot{\gamma} = 125,7\ s^{-1}$) und bei 0° bzw. 90° gleich hoch ($\dot{\gamma} = 128,5\ s^{-1}$).

um allgemeingültige Normal- und Schergradienten zu definieren. Das heißt, dass mithilfe eines lokalen Koordinatensystems, welches so ausgerichtet wird, dass die Strömungsrichtung durch die $\tilde{x}$-Richtung des lokalen Koordinatensystems beschrieben wird (siehe Abbildung 6.1-c und Gleichung 6.7), die Normal- ($\dot{\gamma}_{nn}$), Scher- ($\dot{\gamma}_{nt}$) und Richtungsgradienten ($\dot{\gamma}_{tt}$) bestimmt werden. Anhand der Tabelle 6.1 ist ersichtlich, dass diese Gradienten ***unabhängig*** vom globalen Koordinatensystem, das heißt der Rotation um die z-Achse sind. Weiter können die Gradienten $\dot{\gamma}_{nt}$, $\dot{\gamma}_{nt}$ und $\dot{\gamma}_{tt}$ mit Gleichung 6.19 zur invarianten Geschwindigkeitsdifferenz $\dot{\gamma}$ zusammengefasst werden (Bsp.für 45°):

$$\dot{\gamma} = \sqrt{\dot{\gamma}_{nn}^2 + \dot{\gamma}_{nt}^2 + \dot{\gamma}_{tt}^2} = \sqrt{102,4^2 + 0,5^2 + 72,9^2} = 125,7\ s^{-1}.$$

In der Folge kann die dominierende Strömung quantifiziert werden, indem die Anteile der einzelnen Gradienten ($\dot{\gamma}_{nn}$, $\dot{\gamma}_{nt}$, $\dot{\gamma}_{tt}$) am Gesamtgradienten $\dot{\gamma}$ (Gleichung 6.19) betrachtet werden. So gilt zum Beispiel für den Anteil des Normalgradienten:

$$\dot{\gamma}_{nn}[\%] = \frac{\dot{\gamma}_{nn}^2}{\dot{\gamma}^2} \cdot 100. \tag{6.22}$$

Zusätzlich können für diese Anteile, die je Kontrollvolumen vorhanden sind, ein volumengewichteter Mittelwert gebildet werden[11]:

$$\Gamma = \sum_{i=1}^{N} \Gamma_i \cdot V_i \tag{6.23}$$

oder in der *CFX-Expression-Language (CEL)* als:

$$volumeAve(\Gamma)@Volumen.$$

Die Strömung wurde in drei ausgewählten Bereichen → *I, II, III* (siehe Abbildung 6.3) analysiert.

- Im Bereich I, welcher die Fluidströmung am Eintritt der Blende beschreibt, beträgt der Anteil der Normalgradienten 22,1 Prozent, der Anteil der Schergradienten 63,7 Prozent und der Anteil der Richtungsgradienten 14,2 Prozent. Demzufolge überwiegt in diesem Bereich die *Scherströmung*.

- Im Bereich II, welcher die Fluidströmung am Austritt der Blende beschreibt, beträgt der Anteil der Normalgradienten 10,9 Prozent, der Anteil der Schergradienten 72,7 Prozent und der Anteil der Richtungsgradienten 16,4 Prozent. Demzufolge überwiegt auch in diesem Bereich die *Scherströmung*.

[11] Für die *Transportgröße* Γ werden die entsprechenden Größen, wie z.B. Geschwindigkeit, Geschwindigkeitsgradient, Druck, Temperatur, ... eingesetzt. V_i ist das Volumen des entsprechenden Kontrollvolumens.

- In der Blende (Bereich III) beträgt der mittlere Anteil der Normalgradienten 27,5 Prozent, der Anteil der Schergradienten 49,4 Prozent und der Anteil der Richtungsgradienten 23,1 Prozent. Demnach dominiert wieder die *Scherströmung*, obwohl der Anteil der Normalgradienten nicht zu vernachlässigen ist.

Wird der Bereich I und II gemeinsam betrachtet, ergeben sich folgende Werte: Anteil der Normalgradienten 16,5 Prozent, Anteil der Schergradienten 68,3 Prozent, Anteil der Richtungsgradienten 23,1 Prozent. ***Zusammenfassend ist festzustellen, dass in einer Blende, trotz einzelner Bereiche mit sehr hohen*** **Dehnströmungsanteilen**[12], ***die*** **Scherströmung** ***überwiegt.*** Weiter wurde festgestellt, dass die von ANSYS [2] angegebene *Shear Strain Rate* eine invariante Darstellung aller Geschwindigkeitsdifferenzen bzw. -gradienten ist. Dadurch können die Gradienten des globalen Koordinatensystems nicht ohne Weiteres als Normal- bzw. Schergradienten betrachtet werden. Hierzu ist eine Transformation (siehe Gleichung 6.7) notwendig, mit der eine Zusammenfassung der einzelnen Geschwindigkeitsgradienten zu reinen Normal- ($\dot{\gamma}_{nn}$) und Scher- ($\dot{\gamma}_{nt}$) sowie Richtungsgradienten ($\dot{\gamma}_{tt}$) möglich wird. Eine erfolgreiche Implementierung dieser Gleichungen in *CFX-Post* konnte anhand der Fluidströmung in einer Blende (siehe Tabelle 6.1) gezeigt werden.

[12] Zum Beispiel beträgt der Anteil der Normalgradienten in der Mitte der Blende *67 Prozent*. Im Vergleich dazu ist der Anteil der *Scherströmung* an dieser Stelle nahezu 0 (siehe Tabelle 6.1). Dies entspricht der Theorie, da in der Rohrmitte die Scherung gleich 0 ist (BOHL [10], SUREK [82]).

6.3 Gerührte Reaktoren

Einstellungen In diesem Abschnitt werden die Resultate der *CFD-Simulationen* bezüglich der Dehn- bzw. Scherströmungsanteile in gerührten Behältern dargestellt. Die CFD-Simulationen wurden mit ANSYS CFX 11.0 realisiert. Es sind die Strömungsprofile eines 3x24°-Schrägblattrührers (Axialrührer) und eines 6-Blatt-Scheibenrührers (Radialrührer) in einem zylindrischen DN400-Behälter mit Klöpperboden ($H/D = 1$) simuliert worden. Der Behälter war zudem mit vier Standardstromstörern ($A_S/D = 0$; $B_S/D = 0,1$; $H_S/D = 0,8 \rightarrow \quad BW = 0,24$) ausgestattet. Die Rührorgane wurden gewählt, da anhand der Experimente deutlich geworden ist, dass bei gleichem Leistungseintrag $\bar{\epsilon} = const.$ der 3x24°-Schrägblattrührer etwa 40 Prozent kleinere Tropfen produziert[13]. Es sind stationäre (*steady state*) und einphasige (*Wasser bei 25°C*) Simulationen eines 360° aufgelösten Rührbehälters realisiert worden. Ferner wurde das *Multiple-Frames-of-Reference-Verfahren* (MFR siehe ANSYS [2]) verwendet, um die Rührerrotation zu modellieren. Dazu werden zwei Bereiche ein statischer Bereich → *Behälter inkl. Stromstörer* sowie ein rotierender Bereich → *Rührorgan* definiert. Weiterhin wurde das gesamte Volumen ($V = 46,5\ L$) jeweils in etwa *4 Millionen Kontrollvolumina* (vorwiegend Tetraederelemente) unterteilt, wobei in der Rührernähe das Gitter feiner aufgelöst worden ist. Demzufolge ist die mittlere Kantenlänge im Behälter (Stator) $\approx 4,8\ mm$ und in der Umgebung des Rührorgans (Rotor) $\approx 2,7\ mm$. An den Grenzen zwischen Fluid und Struktur (Rührerblätter, Behälterwandung, etc.) sind zusätzlich fünf Schichten der sogenannten *inflated boundaries* (ANSYS [2]) eingefügt worden, um den hohen Geschwindigkeitsgradienten an dieser Stelle Rechnung zu tragen. Die Turbulenz wurde mithilfe des $k - \epsilon - Turbulenzmodells$ modelliert.

Es sind Rührerdrehfrequenzen von $N = 390\ min^{-1}$ (3x24°-Schrägblattrührer) bzw. $N = 180\,\mathrm{min}^{-1}$ (6-Blatt-Scheibenrührer) gewählt worden. Das heißt die Rührerumfangsgeschwindigkeit ist beim 3x24°-Schrägblattrührer mit $w_{tip} = 2,7\ m/s$ mehr als doppelt so hoch als beim 6-Blatt-Scheibenrührer ($w_{tip} = 1,2\ m/s$). Anhand der simulierten NEWTONzahlen $Ne = 0,4$ (Axialrührer) bzw. $Ne = 4,3$ (Radialrührer), welche gut mit den experimentellen Ergebnissen übereinstimmen (vgl. mit Abbildung 5.1 und 5.2 bzw. Tabelle 6.2), ergibt sich jeweils ein spezifischer Leistungseintrag von $\bar{\epsilon} \approx 0,1\ W/kg$. Exakt lassen sich folgende spezifische Rührerleistungen berechnen: 3x24°-Schrägblattrührer $\bar{\epsilon} = 0,095\ W/kg$; 6-Blatt-Scheibenrührer $\bar{\epsilon} \approx 0,100\ W/kg$.

[13] Vergleiche dazu die Konstanten $C_{P/m}$ ($d_{32} = C_{P/m} \cdot \bar{\epsilon}^{-1/3}$) in der Abbildung 5.16: $C_{P/m} = 21,9\ m^{5/3} \cdot s^{-1}$ für den 6-Blatt-Scheibenrührer sowie $C_{P/m} = 13,3\ m^{5/3} \cdot s^{-1}$ für den 3x24°-Schrägblattrührer

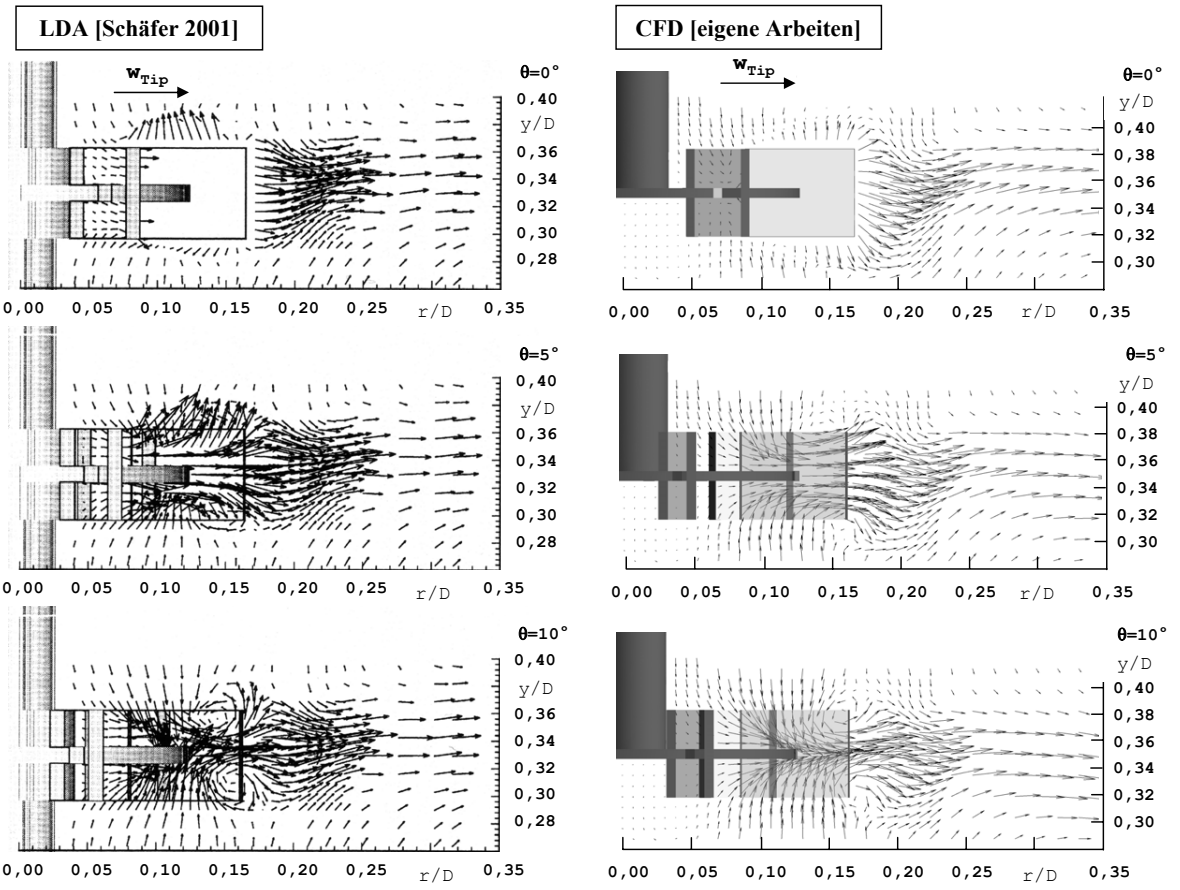


Abbildung 6.4: *Vergleich der experimentellen Daten von* Schäfer *[69] ($D = 0,15\ m$) mit der eigenen numerischen Simulation ($D = 0,4\ m$) für einen 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,33$, $H/D = 1$, 4 Stromstörer) bei drei verschiedenen Drehwinkeln θ (Ebene durch ein Rührerblatt bei $\theta = 0°$)*

Ergebnisse Anhand der Abbildung 6.4 kann die simulierte Fluidströmung des 6-Blatt-Scheibenrührers mit den experimentellen Daten von Schäfer [69] verglichen werden. Da unterschiedliche Reaktorabmessungen vorhanden gewesen sind (siehe Tabelle 6.2), sind die normierten Geschwindigkeitsvektoren der axialen ($\bar{w}_{ax}/w_{tip}$) und radialen Geschwindigkeiten ($\bar{w}_{rad}/w_{tip}$) dargestellt. So verdeutlicht die Ausbildung der beiden charakteristischen Wirbel im Nachlauf des Rührerblattes eine sehr gute Abbildung der rührernahen Strömung. Diese Nachlaufwirbel sind u.a. die Ursache, dass ein 6-Blatt-Scheibenrührer Strömungsgeschwindigkeiten produziert, die größer als die Rührerumfangsgeschwindigkeiten $\rightarrow\ \bar{w}/w_{tip} \geq 1$ sind. Konkret haben Stoots et al. [81] eine tangentiale Peakgeschwindigkeit von $\bar{w}_{tan}/w_{tip} = 1,43$ experimentell festgestellt. Bei den CFD-Simulationen konnten ebenfalls überhöhte Fluidgeschwindigkeiten im Rührernachlauf sowie eine tangentiale Peakgeschwindigkeit von $\bar{w}_{tan}/w_{tip} = 1,5$ beobachtet werden.

Mithilfe der erzielten CFD-Resultate lässt sich die makroskopische Strömung ($\rightarrow$ in-

Tabelle 6.2: *Relevante Parameter für den Vergleich der eigenen CFD-Simulationen mit den Experimenten von* SCHÄFER *[69] und* STOOTS *et al. [81]; 6-Blatt-Scheibenrührer, 4 Stromstörer*

	$D\ [m]$	$H/D\ [-]$	$d/D\ [-]$	$h_{RM}/D\ [-]$	$Ne\ [-]$
CFD-Simulation	0,400	1,0	0,33	0,35	4,3
Experiment (SCHÄFER [69])	0,150	1,0	0,33	0,33	4,5
Experiment (STOOTS et al. [81])	0,299	1,0	0,33	0,50	-

folge der mittleren Geschwindigkeiten) gezielt analysieren. Demzufolge konnte für beide Rührer ein mittlerer Geschwindigkeitsgradient (bezogen auf das gesamte Reaktorvolumen) von $\dot{\gamma} \approx 10\ s^{-1}$ bestimmt werden. In etwa einem Drittel des Behältervolumens (3x24°-SBR: 12 L bzw. 6-Blatt-SR: 15 L) sind die Geschwindigkeitsgradienten größer als dieser Mittelwert. Weiter hat sich gezeigt, dass in diesem Bereich die Scherströmung mit mehr als 50 Prozent überwiegt (vgl. mit Tabelle 8.1). Da jedoch die Partikel in der Nähe des Rührorgans am meisten beansprucht werden[14], wird im Weiteren dieser Bereich analysiert. In diesem Zusammenhang wurde von BIEDERMANN [7] und HENZLER [31], [32], [33] das Rührervolumen:

$$V_R = \frac{\pi}{4} \cdot d^2 \cdot h_P = \frac{\pi}{4} \cdot d^3 \cdot sin(\alpha) \cdot \frac{h}{d} \tag{6.24}$$

eingeführt (mit h_P-projizierte Blatthöhe $\rightarrow$ Gleichung 2.64). Es beschreibt das vom Rührer überstrichene Volumen, welches für die in diesem Abschnitt dargestellten Rührer wie folgt ist ($h/d = 0,2$ und $d = 0,132\ mm$):

- $V_R = 0,36\ L\ \rightarrow$ 6-Blatt-Scheibenrührer
- $V_R = 0,15\ L\ \rightarrow$ 3x24°-Schrägblattrührer

Es wird ersichtlich, dass das Rührervolumen weniger als 1 Prozent des Behältervolumens ($V_R/V \leq 0,01$) entspricht. Demzufolge werden die Partikel in einem äußerst geringen Volumen im Reaktor maximal beansprucht. Die Daten der Tabelle 6.3 zeigen eindrucksvoll, dass die volumengewichteten Normal- $\dot{\gamma}_{nn}$ und Richtungsgradienten $\dot{\gamma}_{tt}$ im Rührervolumen für beide Rührertypen vergleichbar sind. Jedoch produziert der 3x24°-Schrägblattrührer bei gleichem Leistungseintrag höhere Geschwindigkeitsgradienten $\dot{\gamma}$, was allein auf die größeren Schergradienten $\dot{\gamma}_{nt}$ zurückgeführt werden kann. So wurde ein Isovolumen erstellt, in dem die Geschwindigkeitsgradienten $\dot{\gamma}$ etwa 10mal größer sind als der Mittelwert im gesamten Behälter: $\dot{\gamma} = 10\ s^{-1}$ (siehe Abbildung 6.5 bzw. Tabelle 6.4). Zunächst ist

[14] Die meiste vom Rührer eingetragene Energie dissipiert in der rührernahen Strömung (u.a. LIEPE [52].

Tabelle 6.3: *Volumengewichtete Mittelwerte (siehe Gleichung 6.23) der einzelnen Geschwindigkeitsgradienten und deren Anteil (Werte in Klammern - siehe beispielhaft Gleichung 6.22) im Rührervolumen V_R (Gleichung 6.24)*

Parameter		**3x24°-SBR**		**6-Blatt-SR**	
Rührervolumen	$V_R\ [dm^3]$	0,15	(0,3%)	0,36	(0,8%)
Normalgradient	$\dot{\gamma}_{nn}\ [s^{-1}]$	47,9	(31%)	47,4	(29%)
Schergradient	$\dot{\gamma}_{nt}\ [s^{-1}]$	**55,1**	**(40%)**	**39,2**	**(30%)**
Richtungsgradient	$\dot{\gamma}_{tt}\ [s^{-1}]$	50,3	(29%)	55,9	(41%)
Geschwindigkeitsgradient	$\dot{\gamma}\ [s^{-1}]$	93,0	(100%)	89,4	(100%)

zu erkennen, dass die Größe dieses Volumens vergleichbar mit dem Rührervolumen ist. Somit lässt sich auch begründen, weshalb Biedermann [7] und Henzler [31], [32], [33] mit dem Ansatz $d_{FV} \propto P/(\rho \cdot V_R)$ ihre Messergebnisse für verschiedene Rührer teilweise bündeln konnten. Die Tabelle 6.4 zeigt auch, dass die Gradienten im Vergleich zur Tabelle 6.3 etwas höher sind. Jedoch sind die Schergradienten $\dot{\gamma}_{nt}$ beim 3x24°-Schrägblattrührer wiederum signifikant höher und die restlichen Gradienten ($\dot{\gamma}_{nn}$ und $\dot{\gamma}_{tt}$) vergleichbar hoch. Infolgedessen widerlegen diese Daten die Ansicht von Langer et al. [48], [49] und Wille et al. [91], [92], [93], dass die Axialrührer höhere Dehnströmungsanteile vorweisen als die Radialrührer. Vielmehr zeigen die Bereiche, in denen die Geschwindigkeitsgradienten realtiv hoch sind, dass das Strömungsprofil des Axialrührers wesentlich größere Scherströmungsanteile[15] besitzt. Folglich können die kleineren Tropfen, die ein Axialrührer bei

[15] Zur Beurteilung der erzeugten Strömung wurden die jeweiligen Anteile (Normal-, Scher-, Richtungsgradient siehe beispielhaft Gleichung 6.22) in jedem Kontrollvolumina bestimmt. Ferner sind diese Daten in dem entsprechenden Volumen (Rührer- bzw. Isovolumen) volumetrisch gemittelt (siehe Gleichung 6.23) und in den Tabellen 6.3, 6.4, 8.1 als Prozente angegeben worden.

Tabelle 6.4: *Volumengewichtete Mittelwerte (siehe Gleichung 6.23) der einzelnen Geschwindigkeitsgradienten und deren Anteil (Werte in Klammern - siehe beispielhaft Gleichung 6.22) im Isovolumen mit $\dot{\gamma} \geq 100\ s^{-1}$*

Parameter		**3x24°-SBR**		**6-Blatt-SR**	
Isovolumen	$V\ [dm^3]$	0,14	(0,3%)	0,32	(0,7%)
Normalgradient	$\dot{\gamma}_{nn}\ [s^{-1}]$	57,8	(16%)	59,8	(27%)
Schergradient	$\dot{\gamma}_{nt}\ [s^{-1}]$	**97,4**	**(58%)**	**63,8**	**(35%)**
Richtungsgradient	$\dot{\gamma}_{tt}\ [s^{-1}]$	69,7	(26%)	72,5	(38%)
Geschwindigkeitsgradient	$\dot{\gamma}\ [s^{-1}]$	146,9	(100%)	124,1	(100%)

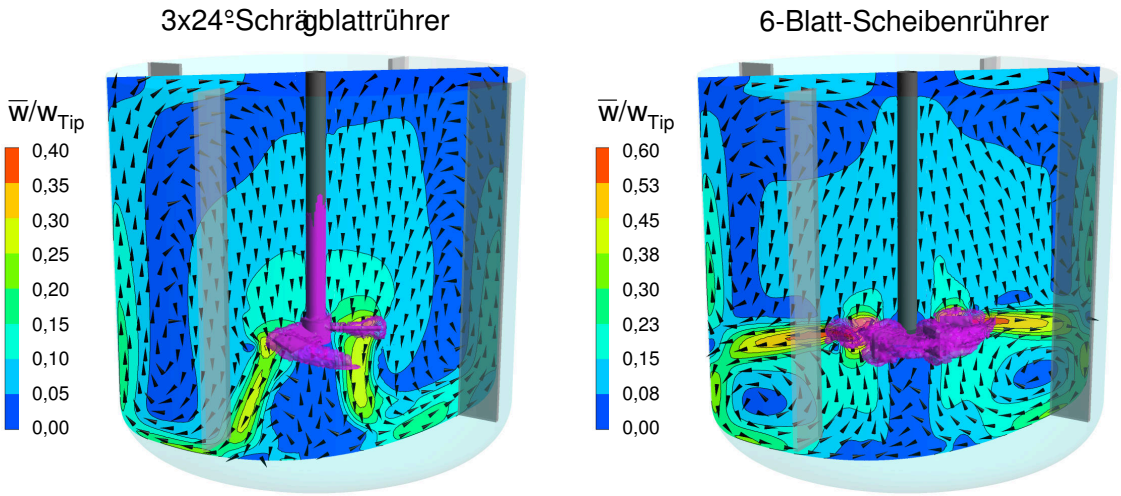


Abbildung 6.5: *Simulierte Strömungsprofile (normierte axiale und radiale Geschwindigkeiten) inklusive der Isovolumina mit* $\dot{\gamma} \geq 100\ s^{-1}$ *bei* $\bar{\epsilon} \approx 0,1\ W/kg$

gleichem Leistungseintrag produziert auf die größeren, *reinen* Schergradienten zurückgeführt werden.

Fazit: Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass ein Axialrührer bei gleichem Leistungseintrag schneller rotieren muss als ein Radialrührer. Infolgedessen produziert der Axialrührer größere Geschwindigkeitsgradienten $\dot{\gamma}$ in einem kleineren Volumen. Weiter wurde gezeigt, dass diese höheren Geschwindigkeitsgradienten eindeutig die Folge der größeren Schergradienten $\dot{\gamma}_{nt}$ sind (vgl. mit Tabelle 6.3, 6.4 und 8.1). Demnach überwiegt in der Großraumströmung bei einem Axialrührer die makroskopische Scherströmung (vgl. auch die Daten in der Tabelle 8.1 im Anhang).

7 Diskussion der erzielten Resultate

7.1 Berechnungsgleichung für den Sauterdurchmesser

Die bisher errungenen Kenntnisse (siehe *Kapitel 5*) sollen zu einem *adaptierten Beanspruchungsmodell* zusammengefasst werden. Dieses Beanspruchungsmodell wird auf der Grundlage des Modells von SHINNAR [75] gebildet. Demnach war SHINNAR [75] in der Lage, die Änderungen der Tropfengrößen in Abhängigkeit zur Rührerdrehfrequenz bzw. -leistung zu beschreiben:

$$d_{32} = C_{P/m} \cdot \bar{\epsilon}^{-b} = C_{We} \cdot We^{-1,5b} = C_{wtip} \cdot w_{tip}^{-3b} \tag{7.1}$$

mit $b = 1/3$ für den *Dissipations-* und $b = 2/5$ für den *Trägheitsunterbereich. Jedoch können anhand dieses Modells* ***die unterschiedlichen Partikelbeanspruchungen*** *die durch verschiedene Rührer- bzw. Bewehrungen vorhanden sind (siehe Abbildung 5.16 und 5.21)* **nicht *modelliert werden.*** Daher soll in diesem Abschnitt mithilfe der Resultate in Kapitel 5 die Konstante C_{wtip} ($\rightarrow \quad d_{32} = C_{wtip} \cdot w_{tip}^{-1}$) modelliert werden. Zunächst muss diese Kostante in eine stoffspezifische Konstante C_{Stsyst} sowie eine rührerspezifische Konstante C_R aufgeteilt werden:

$$C_{wtip} = C_{Stsyst} \cdot C_R. \tag{7.2}$$

Demnach besteht das Ziel darin, die **rührerspezifische Konstante** C_R *so einfach wie möglich zu modellieren.* Anhand der eigenen Resultate konnten die Konstanten C_{wtip} (siehe Tabelle 5.7 für den DN400-Reaktor und Tabelle 5.8 für den DN200-Reaktor) bestimmt werden. Demzufolge können die Sauterdurchmesser für eine bestimmte Rührerumfangsgeschwindigkeit ($w_{tip} = const.$) sowie für eine bestimmte spezifische Rührerleistung ($\bar{\epsilon} = const.$) berechnet werden. In der Abbildung 7.1 sind die Sauterdurchmesser bei $\bar{\epsilon} = const.$ als Funktion der dazugehörigen Rührerumfangsgeschwindigkeit für die Untersuchungen im Technikums- (DN400) und Labormaßstab (DN200) dargestellt. Diese umfangreiche Darstellung in der Abbildung 7.1 verdeutlicht die Systematik zwischen der Rührerumfangsgeschwindigkeit, der spezifischen Rührerleistung und dem Rührertyp bzw.

des Bewehrungszustandes[1]. Somit kann abgelesen werden, dass bei konstanter Rührerleistung die *Rührer-Stromstörerkonfiguration* die kleinsten Tropfen produziert, welche am schnellsten rotiert (auf w_{tip} bezogen). Konkret muss ein 3x24°-Schrägblattrührer für die gleiche Leistung schneller rotieren als ein 6-Blatt-Scheibenrührer. Dadurch werden von dem 3x24°-Schrägblattrührer die kleineren Tropfen bei $\bar{\epsilon} = const.$ erzeugt. Das gleiche gilt für einen 6-Blatt-Scheibenrührer in Kombination mit vier bzw. zwei Stromstörern. So muss der 6-Blatt-Scheibenrührer mit den zwei Stromstörern für den gleichen spezifischen Leistungseintrag schneller rotieren, was letztlich zu kleineren Tropfen führt. Folglich gilt für die Vielzahl der untersuchten Rührer- bzw. Stromstörerkonfigurationen die einfache Aussage:

> ***Die Rührer-Stromstörerkonfiguration (das Reaktordesign) ist am beanspruchungsärmsten, welche(s) für einen bestimmten spezifischen Leistungseintrag die geringste Rührerumfangsgeschwindigkeit benötigt.***

Um diese Aussage zu quantifizieren sind die Abhängigkeiten der Abbildung 7.1 ausgewertet worden. Bei einer konstanten spezifischen Rührerleistung gilt jeweils für den Technikums- und Labormaßstab:

$$d_{32} \propto w_{tip}^{-0,64}, \tag{7.3}$$

was der unterschiedlichen Staffelung bei $\bar{\epsilon} = const.$ entspricht (Vgl. mit den Abbildungen 5.16 und 5.21). Zusätzlich ist der Sauterdurchmesser von der eingetragenen Rührerleistung $\bar{\epsilon}$ abhängig, sodass bei konstanter Rührerumfangsgeschwindigkeit: $w_{tip} = const.$ folgende Abhängigkeit für die untersuchten Rührorgane bzw. Bewehrungszustände ermittelt werden konnte:

$$d_{32} \propto \bar{\epsilon}^{-0,12}, \tag{7.4}$$

[1] Die blauen Dreiecke stellen die Untersuchungen mit einem 6-Blatt-Scheibenrührer bei unterschiedlichen Bewehrungszuständen (DN200 und DN400), Rührerblattstärken ($t = 1,\ 6\ mm$ im DN200) und Anzahl der Rührer auf einer Rührerwelle (zwei 6-Blatt-Scheibenrührer mit d/D=0,49 im DN200 und einem Abstand von 53 mm sowie $Ne = 5,6$) dar. Folgende Bewehrungszustände sind für den 6-Blatt-Scheibenrührer dargestellt: Flachstromstörer $N_S = 4$ & $H_S/D = 0,76$; $N_S = 4$ & $H_S/D = 0,4$ sowie vier Eckstromstörer (siehe Abbildung 4.2) jeweils im DN400 mit d/D=0,33 sowie Flachstromstörer $N_S = 2$ & $H_S/D = 0,8$ im DN400 (d/D=0,33) und im DN200 (d/D=0,5). Zusätzlich sind die Untersuchungen im Technikumsmaßstab für den ViscoJet®-Rührer mit 2 Flachstromstörern ($H_S/D = 0,76$) dargestellt.

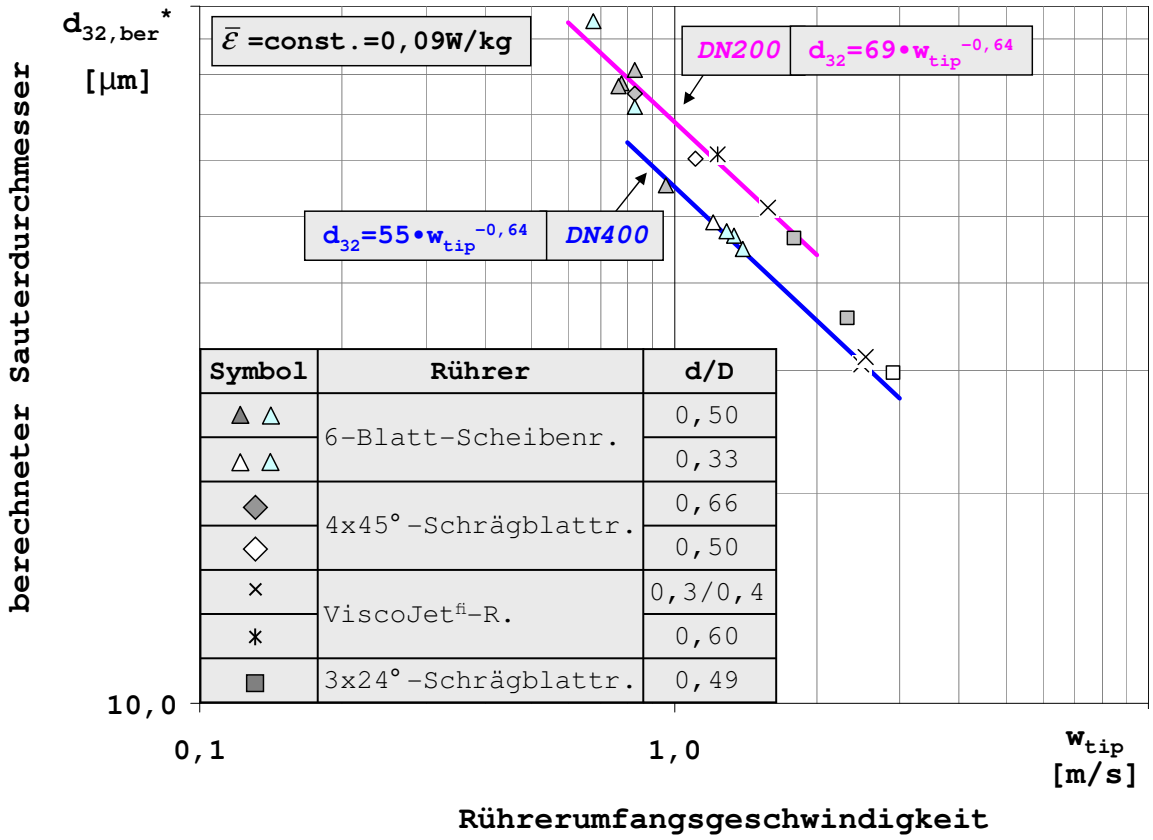


Abbildung 7.1: *Sauterdurchmesser in Abhängigkeit zur Rührerumfangsgeschwindigkeit bei konstanter spezifischer Rührerleistung ($\bar{\epsilon} = 0,09\ W/kg$) im DN200- bzw. DN400-Reaktor*

was in dieser Form der unterschiedlichen Staffelung bei $w_{tip} = const.$ entspricht (Vgl. mit Abbildung 5.18). Eine Kombination dieser beiden Abhängigkeiten führt zu folgender Beziehung:

$$d_{32} \propto \bar{\epsilon}^{-0,12} \cdot w_{tip}^{-0,64}, \tag{7.5}$$

welche mithilfe der Gleichung 2.24: $\bar{\epsilon} \propto N^3 \cdot d^3 \propto w_{tip}^3$ in die bekannte Beziehung für eine Beanspruchung der Tropfen im *Dissipationsbereich*: $d_{32} \propto w_{tip}^{-1}$ überführt werden kann. Demnach wird deutlich, dass diese Beziehung analog der Kenntnisse von SHINNAR [75] ist, welcher den Zusammenhang zwischen Tropfendurchmesser und Rührerdrehfrequenz bzw. -leistung beschrieben hat. ***Jedoch besteht nun die Möglichkeit, auch die unterschiedlichen Rührorgane bzw. Bewehrungszustände zu beschreiben.*** Demnach kann die Gleichung 7.5 mithilfe der Gleichung 2.22: $w_{tip} \propto N \cdot d$ und Gleichung 2.24: $\bar{\epsilon} \propto Ne \cdot N^3 \cdot d^3 \cdot (d/D)^2$ in folgenden Zusammenhang überführt werden:

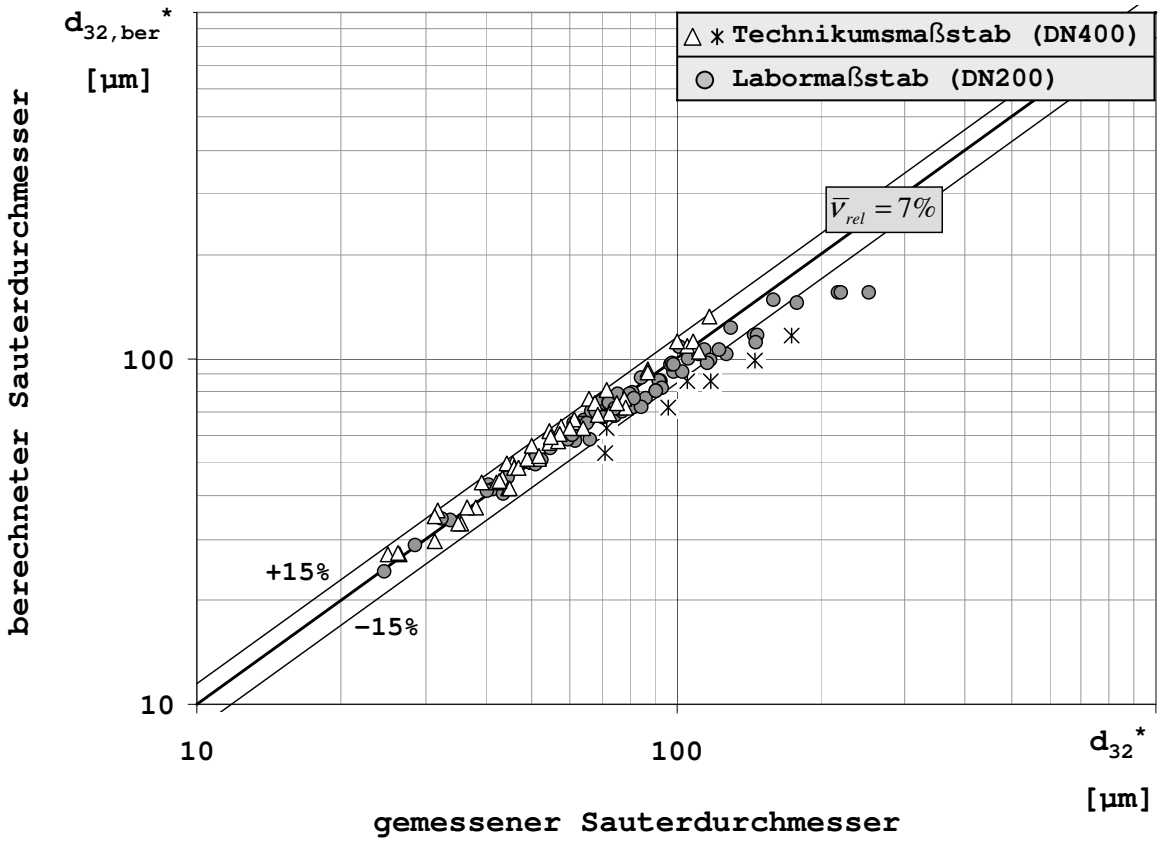


Abbildung 7.2: *Berechneter Sauterdurchmesser (bewehrt: Gleichung 7.6 sowie unbewehrt Gleichung 5.20) als Funktion des gemessenen Sauterdurchmessers für den Technikums- (offene Dreieck- und Sternsymbole) und den Labormaßstab (geschlossene Kreissymbole)*

$$d_{32} = C_{Stsyst} \cdot \left[Ne \cdot \left(\frac{d}{D} \right)^2 \right]^{-0,12} \cdot w_{tip}^{-1,0} = C_{Stsyst} \cdot C_R \cdot w_{tip}^{-1,0}. \tag{7.6}$$

Die Proportionalitätskonstante C_{Stsyst} der Gleichung 7.6 ist gleich der stoffspezifischen Konstanten der Gleichung 7.2. Diese Konstante kann anhand der experimentellen Resultate (DN200 und DN400) ermittelt werden: $C_{Stsyst} = 58 \cdot 10^{-6}\ m^2 \cdot s^{-1}$. Somit kann festgehalten werden, dass das *Beanspruchungsmodell* von SHINNAR [75] durch den *neuen* Zusatz:

$$C_{wtip,ber} = C_{Stsyst} \cdot C_R = C_{Stsyst} \cdot \left[Ne \cdot \left(\frac{d}{D} \right)^2 \right]^{-0,12} \tag{7.7}$$

effektiv erweitert worden ist. In der Folge ist eine Modellierung des Sauterdurchmessers respektive der Partikelbeanspruchung in Abhängigkeit von der Rührerleistung bzw. -drehfrequenz ***und*** des Rührertyps sowie der Bewehrung (Anzahl, Eintauchtiefe sowie Art

der Stromstörer) möglich. Dabei sind folgende praxisrelevante Punkte durch die NEWTONzahl in der Gleichung 7.7 berücksichtigt worden:

- unterschiedliche Rührertypen (axial, radial, tangential)
- Rührerdurchmesser d/D
- Anzahl N_B bzw. Anstellwinkel α der Rührerblätter
- Rührerblattstärke t und -höhe h/d
- Rühreranzahl auf einer Rührerwelle N_Z
- Bewehrungszustand (Anzahl, Art und Position der Stromstörer)
- Füllhöhe H/D

Zudem ist eine ***Maßstabsübertragung*** mit konstanter Rührerumfangsgeschwindigkeit: $w_{tip} = const.$ implementiert worden. Ferner kann eine Umrechnung der modellierten Konstante C_{wtip} mithilfe der Gleichung 5.15 ($\rightarrow$ $C_{P/m}$ für die Abhängigkeit $d_{32} = C_{P/m} \cdot \bar{\epsilon}^{-b}$) beziehungsweise der Gleichung 5.16 ($\rightarrow$ C_{We} für Abhängigkeit $d_{32} = C_{We} \cdot \bar{\epsilon}^{-1,5b}$) erfolgen. *Zusammengefasst kann nun* ***die Partikelbeanspruchung in gerührten Reaktoren für eine Vielzahl von Reaktordesigns sowie Betriebsbedingungen bestimmt*** *werden.*

Vergleich mit eigenen Messdaten In der Abbildung 7.2 sind die gemessenen Sauterdurchmesser mit den berechneten (*modellierten*) Sauterdurchmessern[2] für beide Reaktorgrößen (DN200 und DN400) dargestellt. Dabei wurden auch die Messungen bei verschiedenen Bewehrungszuständen (4 Messwerte mit Eckstromstörer sowie 11 Messwerte mit anderen Stromstörerkonfigurationen) berücksichtigt. Es ist eine sehr gute Übereinstimmung sichtbar[3], sodass der Sauterdurchmesser mit einer mittleren, relativen Abweichung von ±7 Prozent ermittelt worden ist.

[2] Gleichung 7.6 für (Teil-)Bewehrte Reaktoren und Gleichung 5.20 für unbewehrte Reaktoren

[3] Vergleiche auch die experimentellen Konstanten C_{wtip} und und berechneten Konstanten $C_{wtip,ber}$ in der Tabelle 8.3. Die Sternsymbole verdeutlichen die Versuche mit dem 3-Blatt-Rührer, dessen Beanspruchung durch die Modellierung überschätzt wird.

7.2 Maximale Energiedissipation

Maximale Energiedissipation Die Kombination der *Bilanz der relevanten Energien um einen Tropfen*: $E_{kin}/E_\sigma \leq 1$ (siehe SHINNAR [75] und Gleichung 2.48) mit der von KOLMOGOROFF publizierten Abhängigkeit (HENZLER [32], [33], LIEPE [52], SHINNAR [75], siehe Gleichung 2.19) ergibt:

$$w'^2 = \frac{4 \cdot \gamma}{\rho_C \cdot d_{P,max}} = \frac{\epsilon \cdot \Delta r^2}{15 \cdot \nu_C}. \tag{7.8}$$

Eine Auflösung dieser Gleichung nach $d_{P,max}$ (mit $\Delta r = d_{P,max}$) führt zu Gleichung 2.55, das heißt: $d_{P,max} \propto \epsilon^{-1/3}$. Dieser Zusammenhang konnte bei den experimentellen Untersuchungen festgestellt werden. Somit konnte gezeigt werden, dass die Überlegungen von SHINNAR [75] bezüglich des Tropfenaufbruchs durchaus verwendet werden können. Demnach ist der Sauterdurchmesser respektive die Partikelbeanspruchung eine Funktion der spezifischen Rührerleistung sowie der Rührerumfangsgeschwindigkeit. Mit steigender Rührerleistung bzw. Rührerumfangsgeschwindigkeit steigt die Partikelbeanspruchung und der Sauterdurchmesser wird demzufolge verringert. Für die Beanspruchung der Tropfen im *Dissipationsbereich* gilt:

$$d_{32} \propto w_{tip}^{-1} \propto \bar{\epsilon}^{-1/3} \propto We^{-0,5}. \tag{7.9}$$

Werden diese Abhängigkeiten nach der Energiedissipation aufgelöst, kann die maximale Beanspruchung (Energiedissipation) in Abhängigkeit vom experimentellen Tropfen- bzw. Sauterdurchmesser (mit $d_{P,max} \approx 2,1 \cdot d_{32}$, siehe Tabelle 8.2) dargestellt werden. Jedoch ist zu beachten, dass der Sauterdurchmesser bzw. die Tropfengröße zusätzlich von der Viskosität der dispersen Phase η_d, der erforderlichen Tropfenaufbruchzeit, der Rührzeit, des Dispersphasenanteils, etc. abhängig ist (siehe u.a. KNOCH, [45], LIEPE [52]). Diese Abhängigkeiten können in einer empirisch bestimmten Proportialitätskonstante zusammengefasst oder mithilfe von Populationsbilanzen ermittelt werden (siehe LIAO [55]). Nichtsdestotrotz besteht im *Dissipationsbereich* folgende Beziehung:

$$\epsilon_{max} \propto \frac{60 \cdot \gamma \cdot \nu_C}{\rho_C} \cdot d_{32}^{-3}. \tag{7.10}$$

Für die hier untersuchten Rührreaktoren kann mithilfe der experimentell ermittelten Abhängigkeit des Sauterdurchmessers (Gleichung 7.6) sowie dem obenstehenden Zusammenhang folgender allgemeiner Ausdruck für die maximale Energiedissipation bestimmt werden:

$$\epsilon_{max} \propto Ne^{0,36} \cdot \left(\frac{d}{D}\right)^{0,72} \cdot w_{tip}^3. \tag{7.11}$$

Tabelle 7.1: *Konstanten zur Berechnung der maximalen turbulenten kinetischen Energie für einen 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,33$; $Ne = 4,3$)*

Autor	k_{max}/w_{tip}^2	**Bemerkung**
WERNER [89]	0,151	aus w'_{max} (Gleichung 2.25) berechnet
ZHOU et al. [99]	0,173	aus $\epsilon_{max}/(N^3 \cdot d^2)$ (Tabelle 2.1) berechnet
GEISLER [25]	0,178	aus w'_{max} (Gleichung 2.21) berechnet
SCHÄFER [69]	0,186	k_{max}/w_{tip}^2 wurde angegeben
HENZLER [33]	0,122	aus ϵ_{max} (Gleichung 2.66) berechnet
LIEPE [52]	0,182	aus ϵ_{max} (Gleichung 2.57 mit $c_D = 0,45$) berechnet
Mittelwert	**0,165**	$\rightarrow$ *zur Ermittlung der Proportionalitätskonstanten in der Gleichung 7.12* ($560\ m^{-1}$)

Dieser Ausdruck kann für die Abschätzung der Partikelbeanspruchung (Tropfen, Blasen, Zellen, Mikroorganismen etc.) in gerührten Reaktoren verwendet werden und ist zudem ähnlich dem Ansatz von LIEPE [52]: $\epsilon_{max} = c_D/d \cdot w_{tip}^3$ (mit c_D-Dissipationsbeiwert, siehe Gleichung 2.57).

Dissipationsverhältnis für (teil)bewehrte Reaktoren Wird zusätzlich die mittlere spezifische Energiedissipation (Gleichung 2.24: $\bar{\epsilon} = Ne \cdot N^3 \cdot d^5/[\pi/4 \cdot D^3 \cdot (H/D - K_B)]$) berücksichtigt, können mit Gleichung 7.11 die relevanten Einflussgrößen auf das Dissipationsverhältnis ermittelt werden:

$$\frac{\epsilon_{max}}{\bar{\epsilon}} = 560\ m^{-1} \cdot Ne^{-0,64} \cdot \left(\frac{D}{d}\right)^{2,28} \cdot d \cdot \left(\frac{H}{D} - K_B\right). \tag{7.12}$$

Die Proportionalitätskonstante dieser Gleichung wurde anhand der Literaturdaten in der Tabelle 7.1[4] sowie $\Lambda = 2,21\ mm$ bei $d = 50\ mm$ und $D = 150\ mm$ (siehe SCHÄFER [69] und Gleichung 2.32) zu $560\ m^{-1}$ bestimmt. Es wird deutlich, dass Rührorgane mit hohen NEWTONzahlen, d.h. *Radialrührer statt Axialrührer* und großen Durchmesserverhältnissen für schonende Rühraufgaben zu wählen sind (siehe auch RITTER [66]). Die Abhängigkeit des Rührer- zu Reaktordurchmesserverhältnisses: $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon} \propto (D/d)^{2,28}$ ist gleich dem Zusammenhang, den ZHOU et al. [99] publiziert haben (vgl. mit Gleichung 2.27).

[4] Die Tabelle 7.1 verdeutlicht, dass die maximale kinetische Energie für den 6-Blatt-Scheibenrührer bei einer Vielzahl von Untersuchungen in einem engen Bereich angesiedelt ist. Demzufolge wurde der Mittelwert $k_{max}/w_{tip}^2 = 0,165$ verwendet.

7.3 Partikelbeanspruchung vs. Rührertyp

Die dargestellten Abhängigkeiten (Gleichung 7.12) sind mit den bekannten Literaturdaten von BIEDERMANN [7] und HENZLER [32], [33] verglichen worden. Von HENZLER [33] wurde gezeigt, dass die Flocken des *Ton/Polymer-Modellstoffsystems* im Dissipationsbereich beansprucht werden. Demnach können die Vergleichsflockendurchmesser mithilfe der maximalen Energiedissipation aus Gleichung 7.12 berechnet werden. In der Abbildung 7.3 ist der Vergleich der berechneten ($d_{FV} = 220 \cdot 10^{-6} \cdot \epsilon_{max}^{-1/3}$) mit den gemessenen Vergleichsflockendurchmesser für eine Vielzahl von Rührerkonfigurationen dargestellt:

- Es wird der Einfluss der ***verschiedenen Rührorgane***, wie zum Beispiel *Blatt-, Anker-, Scheiben-, Schrägblatt- und Propellerrührer sowie Inter-MIG-Rührer* mit zum Teil unterschiedlichen Durchmesserverhältnissen ($d/D = 0,33 - 0,75$), korrekt erfasst. Auch die produzierten Beanspruchungen durch das Rühren mit einer Scheibe ($\rightarrow$ *disc*) werden richtig dargestellt. Um dies zu verdeutlichen, sind die Resultate der Abbildung 2.7 anhand von *geschlossenen Dreiecksymbolen* in der Abbildung 7.3 dargestellt.

- Weiter werden die Auswirkungen von ***unterschiedlichen Rührerdurchmessern*** (6-Blatt-Scheibenrührer mit d/D =0,225; 0,33; 0,4; 0,5; 0,65), die Anzahl der Rührerblätter (Scheibenrührer mit N_B=2; 6; 12) und die Rührerblatthöhen (Scheibenrührer mit $d/D = 0,65$; h/d =0,1; 0,2) richtig beschrieben (vgl. *geschlossene Kreissymbole* in der Abbildung 7.3).

  STAMATOUDIS et al. [77] untersuchten ebenfalls den ***Einfluss der Rührerblattanzahl*** (N_B =2; 4; 6; 8) eines Scheibenrührers auf den Sauterdurchmesser. Dazu wurde eine Kerosin-Wasser-Gemisch verwendet. Auch diese Messdaten können mit der eigenen Gleichung 7.12 sehr gut korreliert werden: $d_{32} = 800 \cdot \epsilon_{max}^{-0,4}$ (siehe Abbildung 7.4).

- Auch die unterschiedlichen Partikelbeanspruchungen infolge ***variabler Anstellwinkel*** ($\alpha = 24°, 45°, 90°$ - siehe *geschlossene Viereckssymbole* in Abbildung 7.3) werden für diverse Schrägblattrührer (3 bzw. 6 Blätter bei verschiedenen Rührerblatthöhen) tendenziell richtig erfasst.

Dementsprechend konnte gezeigt werden, dass die unterschiedlichsten Reaktordesigns, angefangen beim Rührertyp, über die Rührerdurchmesser bis hin zu der Stromstörerart und -eintauchtiefe, mithilfe des einfachen Ansatzes:

Die Rührer-Stromstörerkonfiguration (das Reaktordesign) ist am beanspruchungsärmsten, welche(s) für einen bestimmten spezifischen Leistungseintrag

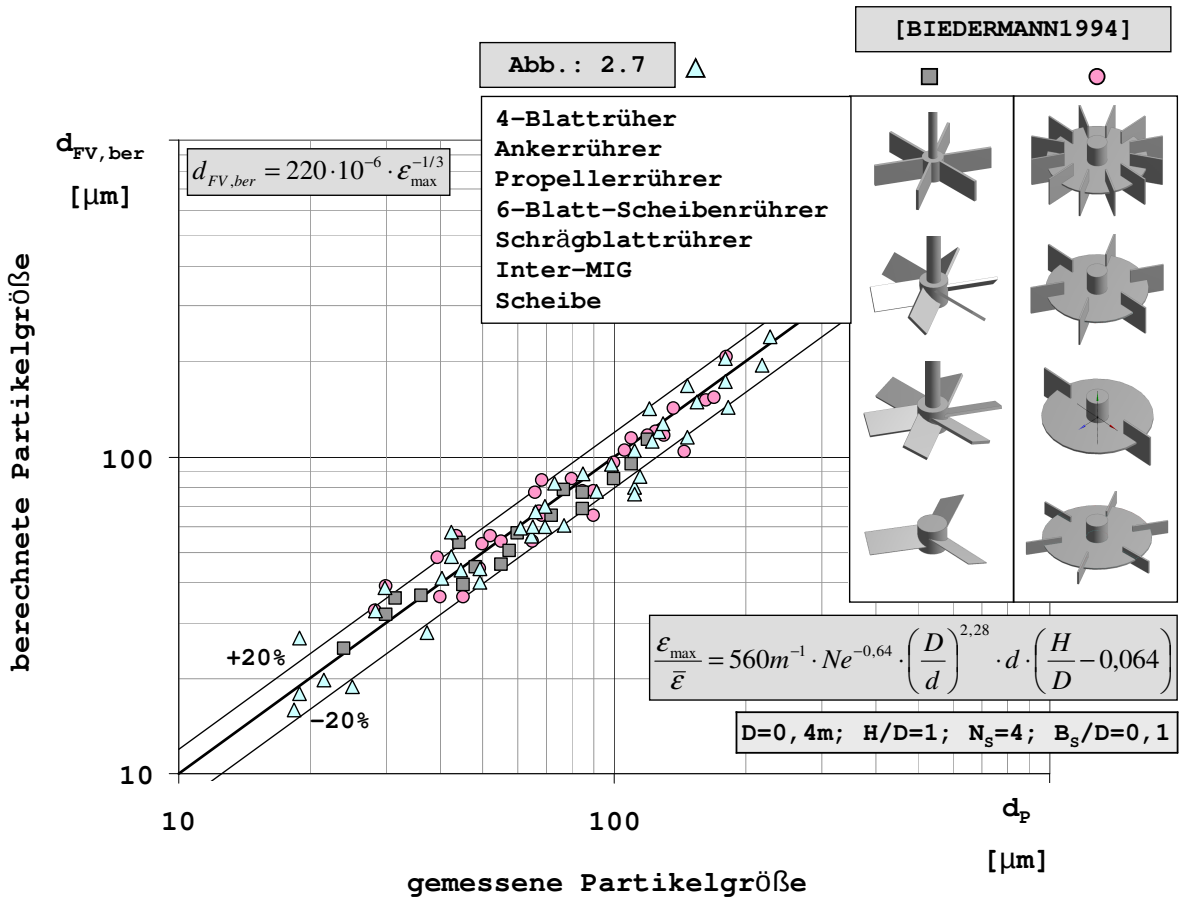


Abbildung 7.3: *Vergleich der gemessenen Partikelgrößen (*Biedermann *und* Henzler *[7], [32], [33] - siehe auch Abbildung 2.7) mit den berechneten Partikelgrößen für eine Vielzahl von Rührerkonfigurationen*

die geringste Rührerumfangsgeschwindigkeit benötigt; charakterisiert werden. Diese Aussage ist zudem anhand der Gleichung 7.12 quantifiziert worden.

7.4 Einfluss der Füllhöhe

Nachfolgend wird der *Einfluss der Füllhöhe* auf das Dissipationsverhältnis diskutiert. Die Gleichung 7.12 zeigt, dass das Dissipationsverhältnis direkt proportional zur dimensionslosen Füllhöhe ist. Das bedeutet, dass mit steigender Füllhöhe die maximale Beanspruchung ebenfalls ansteigt. Dieser Effekt scheint sinnvoll, da z.B. eine Verdoppelung der Füllhöhe auf $H/D = 2$ eine Verdoppelung des Reaktionsvolumens (Gleichung 2.39) und demzufolge eine Halbierung der mittleren spezifischen Rührerleistung (Gleichung 2.24 unter der Annahme von $Ne = const.$) zur Folge hat. Folglich muss für eine gleiche spezifische Rührerleistung in dem Reaktor mit $H/D = 2$ eine deutlich höhere Drehfrequenz eingestellt werden, die letztlich zu höheren Beanspruchungen führt. Bleibt die Drehfrequenz unverändert, reduziert sich die spezifische Rührerleistung um den Faktor 2, wodurch die maximale Energiedissipation konstant ist: $\epsilon_{max} \propto H/D \cdot \bar{\epsilon} = 2 \cdot 0,5 = 1$. Dieser Effekt der gleichen Beanspruchung bei unterschiedlichen Füllhöhen unter der Voraussetzung der gleichen Drehfrequenz wurde auch von Maass et al. [56], [58] im Bereich $H/D = 1 - 2,3$ beobachtet (siehe auch Abbildung 7.4). Dabei wurde ein Impellerrührer mit unterschiedlichen Rührerblatthöhen ($h/d = 0,12$ bzw. $0,24$) bei verschiedenen Füllhöhen untersucht[5]. Ferner veranschaulichen die Messdaten von Maass et al. [58], dass auch die unterschiedlichen Füllhöhen H/D sowie Rührerblatthöhen h/d mit der neuentwickelten Gleichung 7.12 beschrieben werden können: $d_{32} = 610 \cdot \epsilon_{max}^{-0,4}$. Das nachfolgende Beispiel verdeutlicht den Zusammenhang zwischen Füllhöhe und lokaler Beanspruchung:

- Ein 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,33$; $Ne = 4,3$; $H/D = 1$; $K_B = 0,064$) benötigt für $\bar{\epsilon} = 0,1\ W/kg$ eine Rührerdrehfrequenz von $N = 185\ min^{-1}$, was einer maximalen Energiedissipation von $\epsilon_{max} = 34\ W/kg$ ($\rightarrow\ \epsilon_{max}/\bar{\epsilon} = 341$) entspricht (mit Gleichung 7.12).

- Wird die Füllhöhe auf $H/D = 2$ erhöht, muss ein 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,33$; $Ne = 4,3$) für $\bar{\epsilon} = 0,1\ W/kg$ mit $N = 233\ min^{-1}$ (+26 Prozent) rotieren, was einer maximalen Energiedissipation von $\epsilon_{max} = 71\ W/kg$ ($\rightarrow\ \epsilon_{max}/\bar{\epsilon} = 705$) entspricht (mit Gleichung 7.12).

- Ohne eine Veränderung der Drehfrequenz wird auch bei einer Füllhöhe $H/D = 2$ mit dem 6-Blatt-Scheibenrührer ($d/D = 0,33$; $Ne = 4,3$) eine maximale Energiedissipation von $\epsilon_{max} = 31\ W/kg$ ($\rightarrow\ \epsilon_{max}/\bar{\epsilon} = 305$) erzielt (mit Gleichung 7.12).

[5] *Es wurde ein Chlorbutan-Wasser-Gemisch* inkl. einem Tensid verwendet. Folgende Newtonzahlen sind für $H_S/H = 0,55$ publiziert worden: $Ne_{h/d=0,12} = 0,77$ sowie $Ne_{h/d=0,24} = 1,32$ für $H/D = 1,0$ und $Ne_{h/d=0,12} = 0,89$ sowie $Ne_{h/d=0,24} = 1,67$ für $H/D = 2,3$.

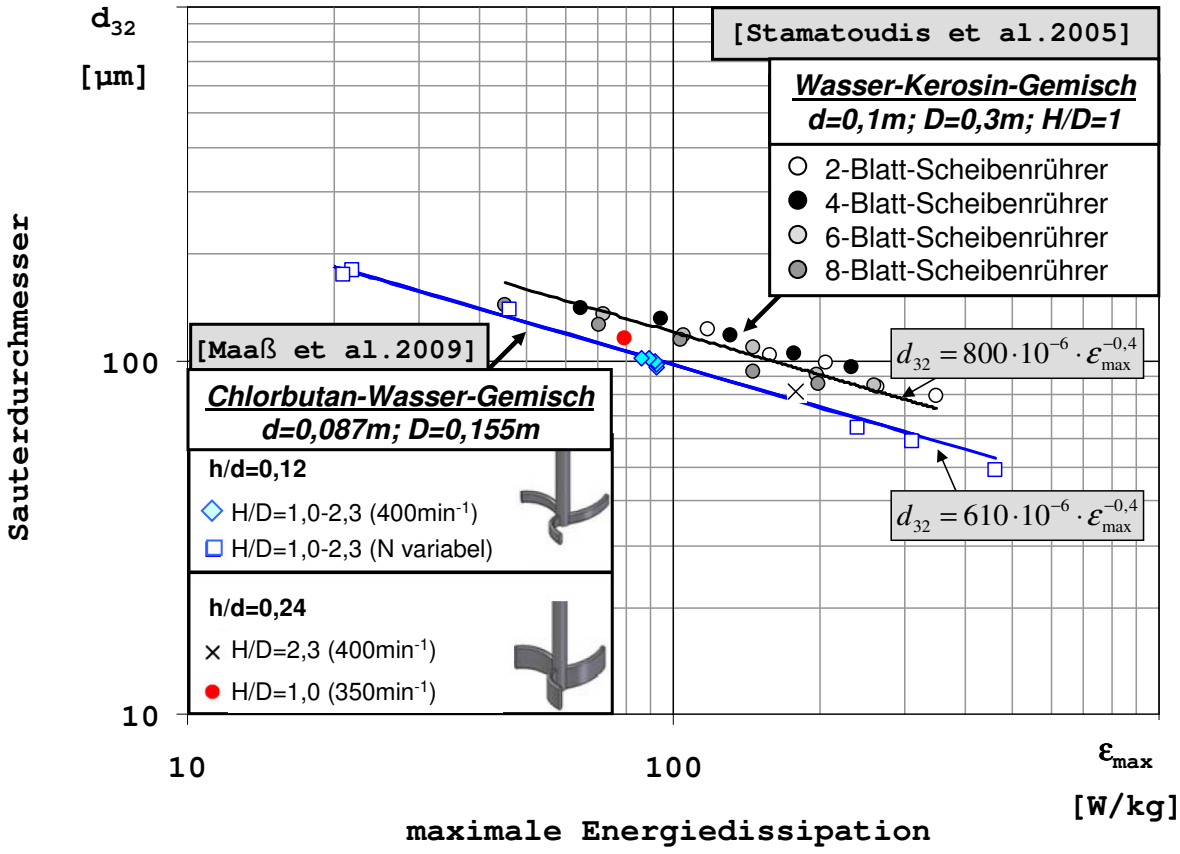


Abbildung 7.4: *Darstellung der experimentellen Sauterdurchmesser von* Maass *et al. [58] sowie* Stamatoudis *et al. [77] als Funktion der maximalen Energiedissipation, welche mithilfe des Dissipationsverhältnisses (Gleichung 7.12) eindeutig bestimmt werden kann*

Weiter verdeutlicht die zusätzliche Abhängigkeit: $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon} \propto d$, dass bei einem geometrisch ähnlichem *Scale-up* ($\rightarrow$ $Ne = const.$, $d/D = const.$, $H/D = const.$) mit $\bar{\epsilon} = const.$ die maximale Energiedissipation direkt proportional ansteigt. ***Das heißt, dass das Dissipationsverhältnis* abhängig *von den Reaktorabmessungen ist***. Hieraus folgt unter der Voraussetzung einer konstanten maximalen Energiedissipation für die Maßstabsübertragung: $w_{tip} = const.$ (siehe ausführlicher im Abschnitt: *Maßstabsübertragung*).

7.5 Maßstabsübertragung

7.5.1 Allgemeine Betrachtung

Problemstellung Für die Maßstabsübertragung wird eine konstante Beanspruchung der Partikel angestrebt. In diesem Zusammenhang wird von einer Vielzahl von Autoren ein konstanter spezifischer Leistungseintrag $\rightarrow \bar{\epsilon} = const.$ unter der Bedingung einer geometrisch ähnlichen *Maßstabsübertragung* empfohlen (u.a. Henzler [33], Liepe [52], Zlokarnik [103]). Daraus folgt, dass die maximale Energiedissipation, welche häufig nach dem Ansatz von Batchelor [5] sowie Brodkey [8] bestimmt wird (u.a. Geisler [25], Werner [89], Zhou et al. [99]):

$$\epsilon_{max} = \frac{w'^3_{max}}{0,1 \cdot d} \tag{7.13}$$

in den verschiedenen Reaktorgrößen ebenfalls konstant ist. Schlussfolgernd, so wird argumentiert, müssten auch die Partikelbeanspruchungen gleich sein. Jedoch zeigen in diesem Zusammenhang mehrere Untersuchungen, dass eine konstante Partikelbeanspruchung respektive eine konstante Partikel- bzw. Tropfengrößenverteilung mit $\bar{\epsilon} = const.$ nicht zu erreichen ist (siehe u. a. Ekato [20], Ritter [66], Stinzing et al. [80] sowie eigene Untersuchungen im Kapitel 5 und Abbildung 7.5). Eine Erklärung hierfür kann anhand der Gleichung 7.13 sowie dem Modell von Shinnar [75] abgeleitet werden. Shinnar [75] beschreibt bei seinem Beanspruchungsmodell, dass die Tropfengröße von der turbulenten Schwankungsgeschwindigkeit w' bestimmt wird (siehe Gleichung 2.48 mit $E_{kin}/E_{\sigma} \propto w'^2 \cdot d_{P,max}$). Für die turbulente Schwankungsgeschwindigkeit gilt weiter: $w' \propto w_{tip}$ (siehe u.a. Geisler [25], Werner [89] und Zhou et al. [99]). Das bedeutet, wird zum Beispiel der Reaktordurchmesser verdoppelt, vergrößert sich unter der Voraussetzung eines konstanten spezifischen Leistungseintrages ($\bar{\epsilon} = const.$) die Rührerumfangsgeschwindigkeit und respektive die maximale turbulente Schwankungsgeschwindigkeit um 26 Prozent (siehe Penney-Diagramm in Kraume [46] mit $w_{tip} \propto D^{1/3}$). **Das heißt, die Partikelbeanspruchung steigt mit zunehmendem Reaktordurchmesser.** Dass die maximale Energiedissipation nach Gleichung 7.13 trotzdem konstant ist, lässt sich infolge der Berechnung des Makromaßstabes der Turbulenz $\Lambda \approx 0,1 \cdot d$ (siehe Gleichung 2.13) erklären. So wird die um 26 Prozent höhere turbulente Schwankungsgeschwindigkeit durch die Verdoppelung des Makromaßstabes eliminiert:

$$\epsilon_{max} = \frac{w'^3_{max}}{0,1 \cdot d} = \frac{1,26^3}{0,1 \cdot 2} = 1$$

Folglich wird für die maximale Energiedissipation ϵ_{max} trotz deutlich größeren turbulenten Schwankungsgeschwindigkeiten ein (fälschlicherweise) konstanter Wert in unter-

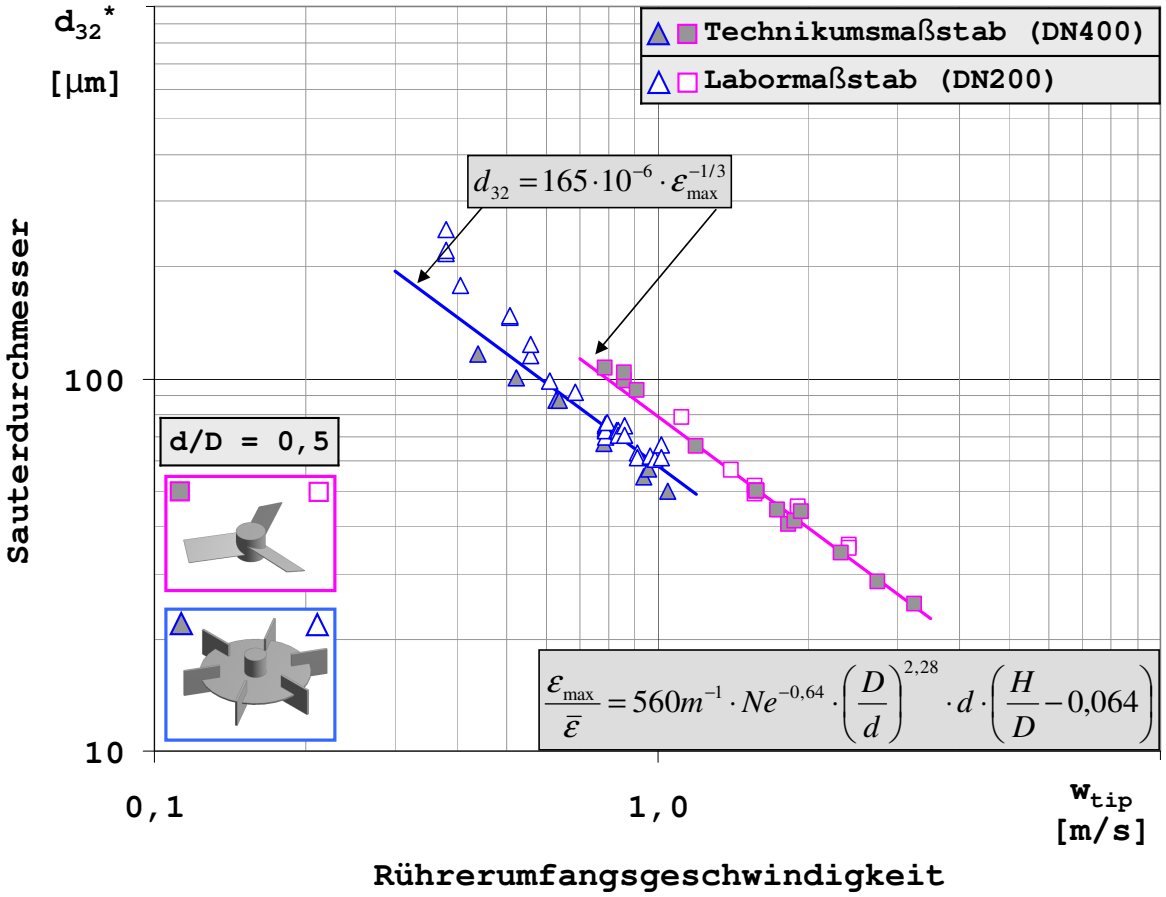


Abbildung 7.5: *Sauterdurchmesser als Funktion der Rührerumfangsgeschwindigkeit für unterschiedliche Maßstäbe: Technikums- (DN400 → 50 L) und Labormaßstab (DN200 → 6 L)*

schiedlichen Reaktorabmessungen berechnet.

Beispiel Am Beispiel eines 6-Blatt-Scheibenrührers mit $d/D = 0,33$ und $Ne = 4,3$ ist dieser Effekt bei der Maßstabsübertragung in der Tabelle 7.2 verdeutlicht worden. Darin sind die berechneten Rührerumfangsgeschwindigkeiten, die turbulenten kinetischen Energien und die maximalen Energiedissipationen bei $\bar{\epsilon} = 0,1\ W/kg$ gegenübergestellt. Die maximale Energiedissipation wurde mit Gleichung 7.13 und $k_{max}/w_{tip}^2 = 0,165$ (siehe Tabelle 7.1) sowie $k_{max} = 3/2 \cdot w_{max}'^2$ berechnet. Dies entspricht der gängigen Praxis bei der Ermittlung der maximalen Beanspruchung mit den *indirekten Methoden* (LDA, PIV siehe auch *Kapitel 2*). Es zeigt sich ein Anstieg der Rührerumfangsgeschwindigkeit und der kinetischen Energie mit steigendem Reaktordurchmesser. Die maximale Energiedissipation ϵ_{max} nach Gleichung 7.13 bleibt infolge der ansteigenden Makrowirbel Λ, da $\Lambda \propto d$ angenommen wird, konstant. Daraus kann jedoch keine konstante Partikelbeanspruchung abgeleitet werden. ***Vielmehr steigt die Partikelbeanspruchung mit***

Tabelle 7.2: *Charakteristische Parameter bei der Maßstabsübertragung mit konstanter spezifischer Rührerleistung ($\bar{\epsilon} = const. = 0,1\ W/kg$)* und Ermittlung der maximalen Energiedissipation mit Gleichung 7.13

D $[m]$	**d** $[m]$	Λ $[mm]$	w_{tip} $[m/s]$	k_{max} $[m^2/s^2]$	ϵ_{max} $[m^2/s^3]$
0,2	0,066	6,6	1,01	0,17	5,7
0,4	0,132	13,2	1,28	0,27	5,7
1,0	0,330	33,0	1,73	0,50	5,7
2,0	0,660	66,0	2,18	0,79	5,7

steigender Reaktorabmessung bei $\bar{\epsilon} = const.$***, da bekannt ist, dass die Ursache der Partikelbeanspruchung die kinetische Energie ist*** (Vergleiche mit SHINNAR [75] und mit REYNOLDS*chen Spannungsansatz*: $\tau = \rho \cdot w'^2 \propto k$ in HENZLER [32]).

Erläuterung Nach KOLMOGOROFF gilt für die Turbulenz im *Trägheitsunterbereich* folgender Zusammenhang (siehe Gleichung 2.15):

$$\epsilon_{max} \propto \frac{w'^3}{\Delta r}.$$

Dieser Zusammenhang ist dem in der Gleichung 7.13 sehr ähnlich. Jedoch beschreibt Δr einen Abstand zwischen zwei Punkten respektive die Wirbelgröße (siehe LIEPE [52]). Wird daraus das *theoretische* Dissipationsverhältnis gebildet:

$$\frac{\epsilon_{max}}{\bar{\epsilon}} \propto Ne^{-1} \cdot \left(\frac{w'}{w_{tip}}\right)^3 \cdot \left(\frac{D}{d}\right)^2 \cdot \left(\frac{H}{D} - K_B\right) \cdot \frac{D}{\Delta r} \tag{7.14}$$

ist zu erkennen, dass eine direkte Abhängigkeit zwischen der maximalen Energiedissipation und der Größe Δr besteht. SHINNAR [75] hatte vorgeschlagen für Δr die Tropfengröße $d_{P,max}$ bzw. d_{32} einzusetzen. Weiter wurde daraus $d_{32} \propto \bar{\epsilon}^{-0,4}$ beziehungsweise $d_{32} \propto \bar{\epsilon}^{-1/3}$ abgeleitet (siehe Kapitel *Stand des Wissens*). Durch eigene Experimente konnte diese Abhängigkeit bestätigt werden (siehe Abbildungen 5.16, 5.21 und 7.5). Demnach vereinfacht sich das obenstehende Dissipationsverhältnis bei einer geometrisch ähnlichen Maßstabsübertragung ($\rightarrow Ne = const.$, $d/D = const.$, $H/D = const.$, $K_B = const.$, $w'/w_{tip} = const.$) sowie der Forderung nach gleicher Partikelbeanspruchung ($\rightarrow d_{P,max} \approx \Delta r = const.$) zu:

$$\frac{\epsilon_{max}}{\bar{\epsilon}} \propto D. \tag{7.15}$$

Hierdurch wird deutlich, dass die maximale Energiedissipation respektive die Partikelbeanspruchung bei einer Maßstabsübertragung mit $\bar{\epsilon} = const.$ nicht gleich ist. Vielmehr ist eine Halbierung der spezifischen Rührerleistung $\bar{\epsilon}$ bei einer Verdopplung des Behälterdurchmessers D notwendig, um die gleichen Partikelgrößen bzw. -beanspruchungen zu produzieren. Zusammengefasst ***muss*** anhand der Kenntnis, dass die Partikelbeanspruchung mithilfe der turbulenten Schwankungsgeschwindigkeit respektive der kinetischen Energie modelliert werden kann, für die **Maßstabsübertragung** $w_{tip} = const.$ abgeleitet werden. Hierdurch ist letztlich auch die turbulente kinetische Energie konstant, was im beanspruchungsdominanten Flüssig/flüssig-Systemen zu vergleichbaren Tropfengrößenverteilungen führt. Dies konnte auch in entsprechenden Versuchen durch RITTER [66] sowie durch eigene Untersuchungen (siehe Abbildung 7.5) bestätigt werden. Ferner ist diese Erkenntnis (Maßstabsübertragung mit $w_{tip} = const.$, was anhand der Gleichung 7.15 abgleitet werden kann) in dem neuen Beanspruchungsmodell (siehe Gleichung 7.12):

$$\frac{\epsilon_{max}}{\bar{\epsilon}} = 560\ m^{-1} \cdot Ne^{-0{,}64} \cdot \left(\frac{D}{d}\right)^{2{,}28} \cdot d \cdot \left(\frac{H}{D} - K_B\right)$$

durch den Zusammenhang $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon} \propto d$ implementiert worden.

7.5.2 Zellkultivierung in gerührten Bioreaktoren

Blasenfreie Sauerstoffversorgung Bei der Kultivierung empfindlicher Zelllinien in gerührten Bioreaktoren ist eine *klassische* Sauerstoffversorgung durch Begasungsringe etc. aufgrund der hohen, lokalen Beanspruchungen nicht möglich. Vielmehr ist eine *blasenfreie Sauerstoffversorgung* und Kohlenstoffdioxidentsorgung durch Membrane notwendig. Derartige Reaktorsysteme sind in den Arbeiten von BIEDERMANN [7], BROD et al. [12] sowie POHLSCHEIDT [63], [64] thematisiert worden (siehe auch Abbildung in EIBL et al. [19]). Dabei untersuchten POHLSCHEIDT [63], [64] (inkl. Maßstabsübertragung von $V = 3,5 - 200\ L$) und BIEDERMANN [7] dieses Reaktorsystem (siehe Abbildung 7.6) auch bezüglich der Partikelbeanspruchung mit dem *Ton/Polymerflockensystem*. In einem *Stator*, auf welchem Silikonschläuche gewickelt sind, rotiert ein großflächiger Rührer (Rotor). Hierdurch wird eine weitreichende Anströmung der Membrane, aus denen u.a. der Sauerstoff in die Flüssigkeit diffundiert, gewährleistet. Die NEWTONzahlen (siehe Tabelle 7.3) sowie die Mischzeitcharakteristik dieses Reaktorsystems (POHLSCHEIDT [63]) lassen den Schluss zu, dass trotz der fehlenden Stromstörer der Stator das Rotieren der Flüssigkeit behindert und das Reaktorsystem als *(teil)bewehrt* betrachtet werden kann.

In der Tabelle 7.3 sind die experimentellen Vergleichsflockendurchmesser, die Rührerumfangsgeschwindigkeiten, welche anhand der publizierten NEWTONzahlen [63] ermittelt wurden, bei $\bar{\epsilon} = 0,1\ W/kg$ dargestellt. Bei diesen Bedingungen lässt sich anhand der

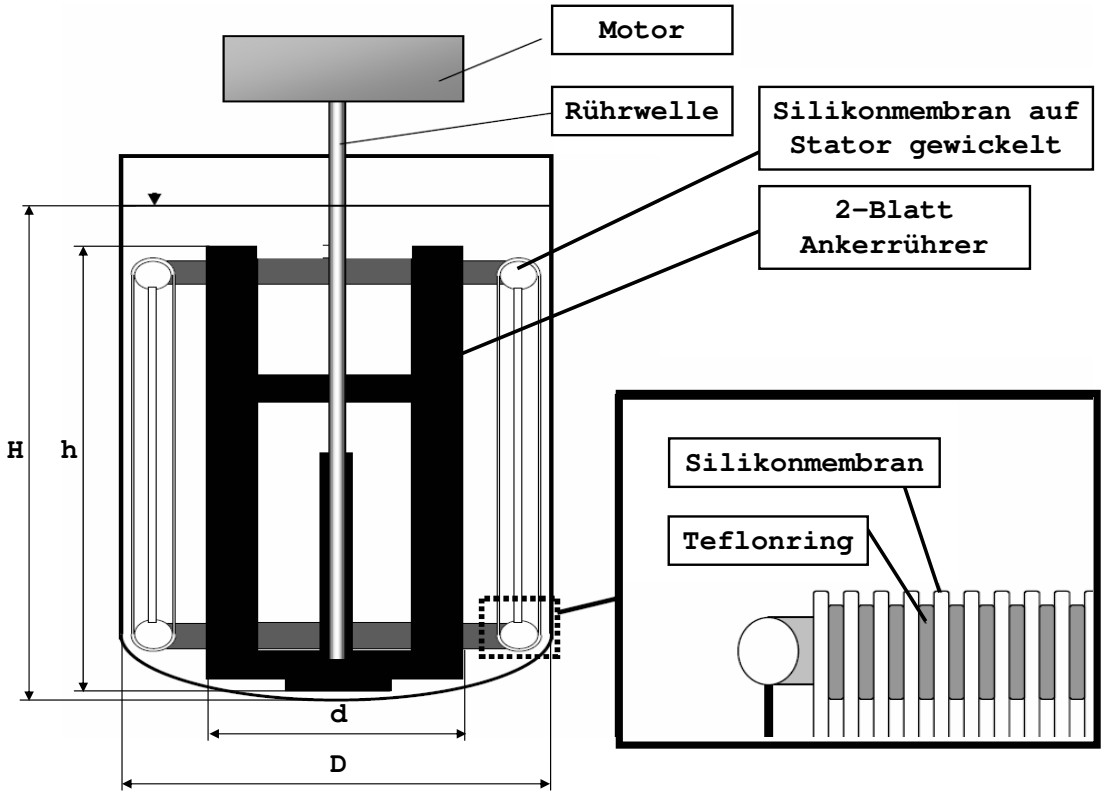


Abbildung 7.6: *Prinzipieller Aufbau des Rotor-Stator-Reaktorsystems aus den Arbeiten von* POHLSCHEIDT *[63], [64]*

überlieferten Gleichung (POHLSCHEIDT [63]): $d_{FV,ber} = 402 \cdot (\bar{\epsilon} \cdot \rho)^{-1/3}$ ein konstanter Vergleichsflockendurchmesser (integrale Beanspruchung) von $d_{FV,ber} = 87\ \mu m$ ermitteln[6]. Diese Partikelgröße stimmt gut mit den experimentellen Daten von POHLSCHEIDT [63] überein ($\pm$ 15 Prozent). In der Folge interpretiert POHLSCHEIDT [63], [64] seine Ergebnisse dahingehend, dass bei einer Maßstabsübertragung eine konstante spezifische Rührerleistung ($\bar{\epsilon} = const.$) als Maßstabsübertragungsregel zu bevorzugen ist. Jedoch muss bei dieser Aussage beachten werden, dass **kein geometrisch ähnlicher Scale-up** durchgeführt worden ist, d.h. es sind bei diesen Untersuchungen verschiedene Rührerdurchmesser d/D und -höhen h/d sowie Füllhöhen H/D zum Einsatz gekommen. *Somit lässt sich anhand der Daten in der Tabelle 7.3 feststellen, dass die Durchmesser- d/D sowie Rührerblatthöhenverhältnisse h/d derart angepasst worden sind, dass bei $\bar{\epsilon} = const.$ auch annähernd die gleichen Rührerumfangsgeschwindigkeiten w_{tip} resultieren.* In der Folge sind auch die Partikelbeanspruchungen (siehe experimentelle Vergleichsflockendurchmesser d_{FV}) vergleichbar. Des Weiteren sind in der Tabelle 7.3 die modellierten Partikelgrößen, welche mit Gleichung 7.12 und dem bekannten Zusammenhang für das *Ton/Polymerflockensystem*

[6]Diese Gleichung ist für die untersuchten Konfigurationen (siehe Tabelle 7.3) gültig ist. Fluiddichte $\rho = 1.000\ kg/m^3$

Tabelle 7.3: *Berechnete Rührerumfangsgeschwindigkeiten und Partikelgrößen: d_{FV} (Experiment* POHLSCHEIDT *[63]), $d_{FV,ber}$ (Gleichung 2.67 → HENZLER [33]) sowie $d_{FV,kalk}$ (*eigene *Gleichung 7.12 mit $d_{FV,kalk} = 220 \cdot 10^{-6} \cdot \epsilon_{max}^{-1/3}$) bei $\bar{\epsilon} = 0,1\ W/kg$ für das Rotor-Stator-Reaktorsystem*

Bez.	D **[m]**	H **[m]**	d/D **[-]**	h/d **[-]**	Ne **[-]**	w_{tip} $[m/s]$	d_{FV} $[\mu m]$	$d_{FV,kalk}$ $[\mu m]$	$d_{FV,ber}$ $[\mu m]$
3,5 L	0,159	0,205	0,50	2,2	8,4	0,62	-	117	128
10 L	0,240	0,240	0,56	1,5	5,2	0,71	99	105	133
10 L	0,212	0,400	0,55	2,6	10,2	0,68	94	100	128
50 L	0,400	0,400	0,60	1,5	5,3	0,80	99	92	140
50 L	0,316	0,632	0,65	2,2	7,1	0,80	83	85	136
100 L	0,400	0,800	0,60	3,0	10,2	0,81	86	83	139
200 L	0,488	1,000	0,76	2,5	7,7	0,82	77	80	154

(siehe auch Abbildung 7.3): $d_{FV} = 220 \cdot 10^{-6} \cdot \epsilon_{max}^{-1/3}$ berechnet worden, dargestellt. Es zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung zwischen den experimentellen Partikelgrößen d_{FV} und den modellierten Partikelgrößen $d_{FV,kalk}$. In der Folge kann festgehalten werden, ***dass das* neue *Beanspruchungsmodell (Gleichung 7.12) auch die komplexen Effekte in diesem Rotor-Stator-System korrekt erfasst.***

Werden die Resultate dieser Modellierung nun genauer betrachtet, ist zu erkennen, dass die Beanspruchungen, nicht wie von POHLSCHEIDT [63], [64] erwähnt, konstant sind. Vielmehr ist eine Zunahme der Beanspruchung mit steigender Reaktorgröße vorhanden, was durch die Abnahme der Partikelgröße deutlich wird. Im Vergleich dazu unterschätzen die Gleichungen 2.66 und 2.67 von HENZLER [33] die Partikelbeanspruchung für dieses konkrete Beispiel[7]. So sind die berechneten Partikelgrößen ($d_{FV,ber}$ nach Gleichung 2.67) um $34-100$ Prozent größer als die experimentellen Vergleichsflockendurchmesser d_{FV}. Zudem zeigen diese berechneten Vergleichsflockendurchmesser $d_{FV,ber}$ eine fälschliche Abnahme der Beanspruchung mit steigender Reaktorgröße, was vor allem bei dem $200L - Reaktor$ sichtbar wird.

[7] Für diese Gleichung wurde ein Gültigkeitsbereich von $0,1 < h/d < 1$ angegeben. Die Tabelle 7.3 verdeutlicht, dass $h/d > 1$ ist, was die Abweichungen erklärt. Zudem wurde von HENZLER [33] eine konstante spezifische Rührerleistung ($\bar{\epsilon} = const.$) als Maßstabsübertragungskriterium empfohlen, was jedoch zu einer deutlichen Unterschätzung der Beanspruchung führt.

7.6 Schonendes Homogenisieren

Eine Hauptaufgabe eines Rührreaktors ist das Homogenisieren, welches unter gegebenen Umständen (z.B. die Fermentation tierischer Zellen) schonend realisiert werden muss. Dazu wurde in der Abbildung 7.7 die Partikelbeanspruchung, welche mithilfe der maximalen Energiedissipation (→ Gleichung 7.12) abgeschätzt werden kann, als Funktion der Homogenisierzeit t_H dargestellt. Die Homogenisierzeit kann anhand der dimensionslosen Mischkennzahl und der Drehfrequenz berechnet werden (siehe Liepe [52]):

$$c_H = N \cdot t_H = 5,3 \cdot Ne^{-1/3} \cdot \left(\frac{D}{d}\right)^2 . \tag{7.16}$$

Weiter wurde in der Abbildung 7.7 die spezifischen Rührerleistung P/V lediglich zwischen 10 W/m^3 und 100 W/m^3 eingetragen. Diese Leistungen sind typisch für Fermentationen mit tierischen Zellen (vgl. mit Tabelle 1.1). Demnach verdeutlicht die Abbildung 7.7 drei verschiedene Betrachtungsweisen:

1. Bei ***gleichem Leistungseintrag***, welcher ggf. infolge der erforderliche Luftzufuhr fest definiert sein kann, kann mit einen 6-Blatt-Scheibenrührer am schonendsten und schnellsten homogenisiert werden. Zum Beispiel können bei $P/V = 50\ W/m^3$ folgende Werte abgelesen werden:
   - 6-Blatt-Scheibenr. (d/D=0,5): $t_H \approx 15s$ bei $\epsilon_{max} \approx 4,5m^2/s^3$
   - 6-Blatt-Scheibenr. (d/D=0,33): $t_H \approx 17s$ (+13%) bei $\epsilon_{max} \approx 6,5m^2/s^3$ (+44%)
   - 4x45°-Schrägblattr.: $t_H \approx 17s$ (+13%) bei $\epsilon_{max} \approx 12,0m^2/s^3$ (+167%)
   - 3x24°-Schrägblattr.: $t_H \approx 17s$ (+13%) bei $\epsilon_{max} \approx 38,0m^2/s^3$ (+744%)

   Demzufolge ist die produzierte Beanspruchung des 3x24°-Schrägblattrührers etwa 8mal zu hoch wie die des 6-Blatt-Scheibenrührers (d/D=0,5), welcher zudem noch um mehr als 10% besser mischt.

2. Wird die ***Durchmischung*** bzw.- Mischzeit als Entscheidungskriterium definiert, ist zu erkennen, dass die produzierte Beanspruchung des 6-Blatt-Scheibenrührers etwa eine Größenordnung geringer ist als die Beanspruchung des 3x24°-Schrägblattrührers. Zum Beispiel ergeben sich nachstehende Werte für $t_H = 15s$:
   - 6-Blatt-Scheibenr. (d/D=0,50): $\epsilon_{max} \approx 4,0m^2/s^3$
   - 6-Blatt-Scheibenr. (d/D=0,33): $\epsilon_{max} \approx 9,5m^2/s^3$ (+63%)
   - 4x45°-Schrägblattr.: $\epsilon_{max} \approx 20,0m^2/s^3$ (+400%)
   - 3x24°-Schrägblattr.: $\epsilon_{max} \approx 40,0m^2/s^3$ (+900%)

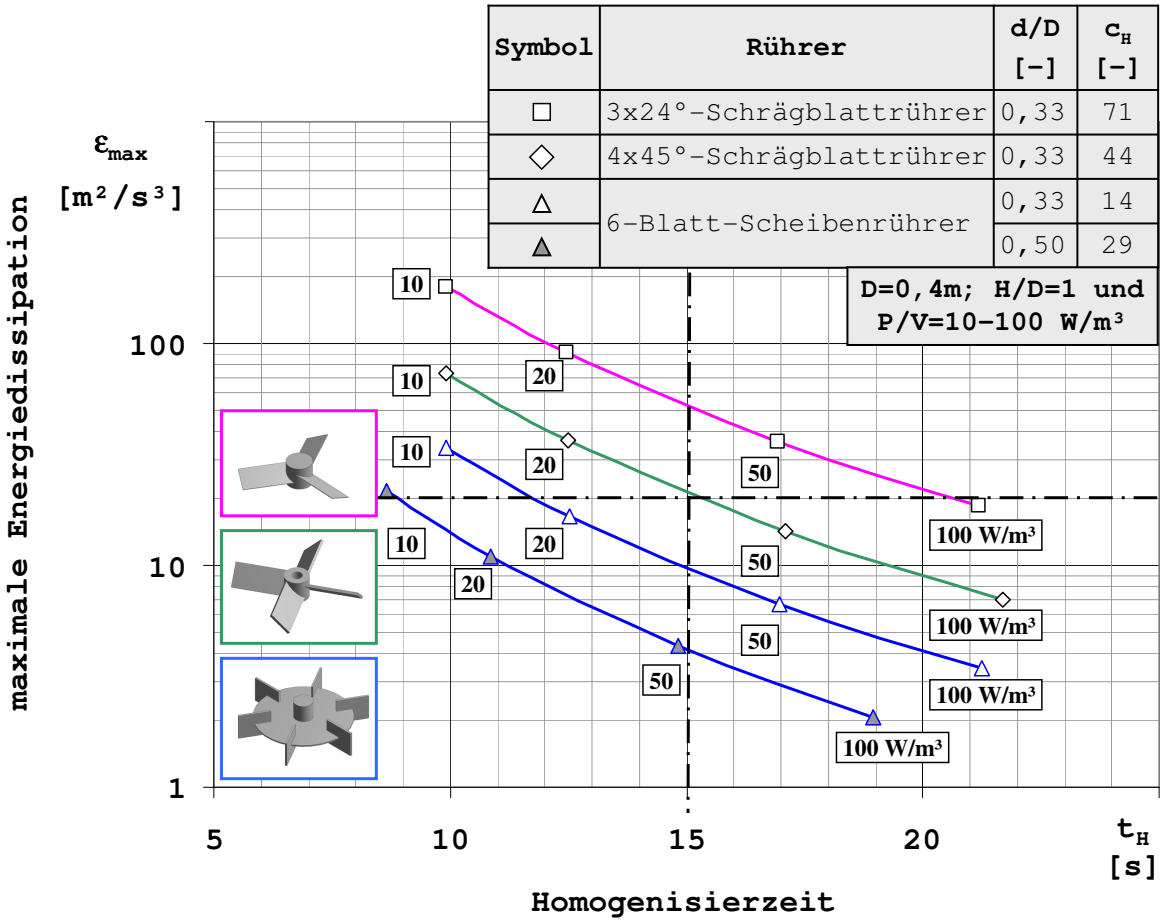


Abbildung 7.7: *Partikelbeanspruchung (maximale Energiedissipation → Gleichung 7.12) als Funktion der Homogenisierzeit (→ Gleichung 7.16) für spezifische Rührerleistungen von $P/V = 10 - 100\ W/m^3$ (4 Stromstörer)*

3. Ist die ***Partikelbeanspruchung*** der limitierende Faktor, können anhand der Abbildung 7.7 die entsprechenden Mischzeiten abgelesen werden. Demzufolge kann bei gleicher Partikelbeanspruchung (zum Beispiel $\epsilon_{max} = 20\ m^2/s^3$) mit einem 6-Blatt-Scheibenrührer etwa doppelt so schnell homogenisiert werden:

   - 6-Blatt-Scheibenr. (d/D=0,50): $t_H \approx 9s$
   - 6-Blatt-Scheibenr. (d/D=0,33): $t_H \approx 12s$ (+33%)
   - 4x45°-Schrägblattr.: $t_H \approx 15s$ (+67%)
   - 3x24°-Schrägblattr.: $t_H \approx 20s$ (+125%)

Zusammenfassend zeigt sich, dass großflächige Rührorgane am geringsten rotieren, demzufolge beanspruchungsarm sind und zudem große Volumenströme generieren, welche zu niedrigen Mischzeiten führen. Daher sind für empfindliche Rührmedien große Rührer-

durchmesser und -blatthöhen bei hohen NEWTONzahlen zum empfehlen (siehe auch Rührerkonfiguration in Tabelle 7.3 und Abbildung 7.6).

7.7 Abbau von Schichtungen

Ein primäres Ziel bei der Flüssig/flüssig-Dispergierung ist das *Abbauen von Schichtungen*. Dabei ist der Rührwerksbetreiber bestrebt eine Drehfrequenz zu wählen, bei der die leichtere Phase (meist die disperse Phase) nicht als zusammenhängende Schicht an der Oberfläche treibt. Folglich besteht die Rühraufgabe darin, die Oberflächenschichten einzuziehen und die disperse Phase im gesamten Reaktionsvolumen zu verteilen. Problematisch wird diese Aufgabe, wenn bei einem solchen Prozess zusätzlich beanspruchungsemfindliche Partikel vorhanden sind. Ein derartiger Prozess ist die ***Emulsionspolymerisation***. So muss das flüssige Mononmer, welches nur geringfügig in Wasser löslich ist, von der Oberfläche eingezogen und verteilt werden. Darüber hinaus begünstigen hohe lokale Beanspruchungen die unerwünschte Koagulation der entstehenden Kunststoffpartikel. Demnach muss ein Rührorgan gewählt werden, welches die Oberflächenschichten am schonendsten abbauen kann und zusätzlich ausreichende Mischzeiten gewährleistet.

Anhand von Experimenten konnten LIEPE et al. [52], [54] die Mindestdrehfrequenz für den vollständigen Abbau der Schichtungen für verschiedene Rührer ermitteln. Demnach kann für vollbewehrte Rührbehälter mithilfe der Konstanten A_D die *kritische Rührerumfangsgeschwindigkeit* berechnet werden[8]:

$$w_{tip,krit} = A_D \cdot \left(\frac{g \cdot \Delta\rho}{\rho_L}\right)^{5/16} \cdot \left(\frac{\gamma}{\rho_L}\right)^{3/16} \cdot \left(\frac{D}{d}\right)^{7/8} \cdot \frac{D^{1/8}}{Ne^{1/3}}. \tag{7.17}$$

Die beispielhaften Berechnungen[9] in der Tabelle 7.4 verdeutlichen zunächst, dass mit einem 6-Blatt-Scheibenrührer die niedrigsten Rührerumfangsgeschwindigkeiten respektive spezifischen Rührerleistung zum vollständigen Abbau der Schichtungen benötigt werden. Zudem führt eine Vergrößerung des Rührerdurchmessers ebenfalls zu geringeren Rührerumfangsgeschwindigkeiten bzw. Rührerleistungen. Auch die Sauterdurchmesser[10] d_{32}, welche mit Gleichung 7.12 und

$$d_{32} = 165 \cdot 10^{-6} \cdot \epsilon_{max}^{-1/3}$$

berechnet werden können, signalisieren in der Tabelle 7.4, dass der 6-Blatt-Scheibenrührer die größten Tropfen produziert. Daraus lässt sich schlussfolgern, dass mit dem 6-Blatt-

[8] Die Rührereinbauhöhe ist auf $h_{RM}/D = 0,25...0,3$ definiert.
[9] $\Delta\rho = 100\ kg/m^3$, $\rho_c = 1.000\ kg/m^3$, $\sigma = 0,03\ N/m$
[10] Die Sauterdurchmesser können als Beanspruchungskriterium verwendet werden.

Tabelle 7.4: *Konstante A_D von* Liepe *et al. [52] sowie die berechneten kritischen Rührerumfangsgeschwindigkeiten zum Abbau von Schichtungen ($D = 0,4\ m$, $H/D = 1$; $h_{RM} = 0,3$; $\phi_d = 5\%$)*

Rührer	d/D [-]	Ne [-]	A_D [-]	w_{tip} $[m/s]$	d_{32} $[\mu m]$	$\bar{\epsilon}$ $[W/kg]$
Propellerrührer	0,35	0,3	30	14,1	6	11,4
3x24°-Schrägblattrührer	0,35	0,3	29	13,4	6	10,0
3x24°-Schrägblattrührer	0,50	0,3	18	6,4	13	1,8
6x45°-Schrägblattrührer	0,35	1,5	17	4,5	16	1,9
6x45°-Schrägblattrührer	0,40	1,5	14	3,3	21	1,0
6-Blatt-Scheibenrührer	0,35	4,3	14	2,6	24	1,0
6-Blatt-Scheibenrührer	0,40	4,3	12	2,0	30	0,6

Scheibenrührer die Oberflächenschichten am *schonendsten* abgebaut werden können. Ferner ist aus dem vorherigen Abschnitt bekannt, dass die 6-Blatt-Scheibenrührer niedrigere Mischkennzahlen als die Schrägblatt- oder die Propellerrührer besitzen. *Demnach kann mit dem 6-Blatt-Scheibenrührer bzw. einem Radialrührer am schonendsten homogenisiert und gleichzeitig dispergiert (Abbau von Oberflächenschichtungen) werden.*

8 Zusammenfassung

Zur Erhöhung des Verständnisses der Partikelbeanspruchung in (Bio-)Reaktoren sind Untersuchungen in turbulent gerührten Reaktoren ($D = 0,2\ m$ und $D = 0,4\ m$) mit einem Flüssig/flüssig-Modellstoffsystem durchgeführt worden. Ferner wurde mithilfe der numerischen Fluiddynamik (*Computational Fluid Dynamics* - CFD) die makroskopische Strömung bezüglich der Scher- und Dehnströmungsanteile analysiert.

Experimentelle Untersuchungen Die Zielstellung dieses Abschnitts war, eine Messmethode zur Bestimmung der Partikelbeanspruchung zu entwickeln, um letztlich die Beanspruchung durch verschiedene Rührorgane bei unterschiedlichen Betriebsbedingungen gezielt zu untersuchen. Anhand des *Stand des Wissens* zeigte sich, dass die *direkten Methoden*[1] den *indirekten Methoden*[2] zu bevorzugen sind. Daher wurde eigens für diese Arbeiten ein **Flüssig/flüssig-Modellstoffsystem** ausgewählt und charakterisiert. Die Vorteile dieses *Flüssig/flüssig-Modellstoffsystems* sind der äußerst geringe Dichteunterschied ($\Delta\rho_{20°} = 8,7\ kg/m^3$), die geringe Grenzflächenspannung ($\eta_{20°} = 2,7\ mN/m$) sowie die schnelle Stabilisierung eben dieser Grenzfläche (siehe Abbildung 5.5). Des Weiteren konnten die Tropfen dieses *Flüssig/flüssig-Modellstoffsystems* mit der FBRM®-Technology detektiert werden. Da jedoch mit der **FBRM®-Technology nur Sehnenlängen** gemessen werden und eine theoretische Umrechnung sich als nicht praktikabel erwiesen hat (siehe Abbildung 4.7 und 5.19), war zudem eine **Kalibrierung dieser Sehnenlängenverteilungen** mit einer Inline-Endoskopmesstechnik notwendig geworden (siehe Abbildung 5.12). Infolgedessen konnten In- und Online-Untersuchungen zur Partikelbeanspruchung bei sehr geringen spezifischen Leistungseinträgen ($\bar{\epsilon} = 0,008\ W/kg - 0,6\ W/kg$) mit einer hohen Reproduzierbarkeit der Ergebnisse ($\bar{\nu}_{rel} < \pm 7\%$) realisiert werden. Weiter zeigte sich, dass die Tropfen des *Flüssig/flüssig-Modellstoffsystems* trotz der sehr geringen spezifischen Rührerleistungen ($\bar{\epsilon} \leq 0,03\ W/kg$) eindeutig im **Dissipationsbereich**[3] beansprucht wurden (siehe Abbildung 5.17). Demzufolge sind die Ergebnisse, die mit die-

[1] Beanspruchungskriterium: Flocken-, Tropfengröße oder zum Beispiel die Deaktivierung von Enzymen

[2] Beanspruchungskriterium: Lokale Energiedissipation, welche mithilfe der *LDA*- oder *PIV*-Messtechnik ermittelt werden.

[3] Dadurch wird auch das Modell von Shinnar [75] bestärkt, welches besagt, dass die Tropfen durch die kinetische Energie der Strömung aufgebrochen werden.

sem *Flüssig/flüssig-Modellstoffsystem* erzielt worden sind, durchaus zur Beschreibung der Zellbeanspruchung (tierischer Zellen) in gerührten Bioreaktoren geeignet.

Bei den anschließenden systematischen Untersuchungen stellte sich heraus, dass in dem kleinen Reaktor ($D = 0,2\ m$) bei niedrigen Rührerdrehfrequenzen die Turbulenz nicht vollständig ausgebildet war. In der Folge war die Beanspruchung der Tropfen geringer als dies bekannte Modelle vorhersagen (siehe Abbildung 5.21). Diese Resultate bestätigen die Empfehlung von LIEPE [52], [53], [54], welcher einen Mindestreaktordurchmesser von $D = 0,4\ m$ publiziert hatte. Ferner wurde deutlich, dass bei gleichem Leistungseintrag das Rührorgan mit der höchsten Rührerumfangsgeschwindigkeit auch die größten Belastungen auf die Tropfen in der turbulenten Strömung ausübt. Dementsprechend konnte festgestellt werden, dass bei gleicher spezifischer Rührerleistung ein 6-Blatt-Scheibenrührer im Vergleich zu einem 3x24°-Schrägblattrührer *beanspruchungsarm*, jedoch bei gleicher Rührerumfangsgeschwindigkeit *beanspruchungsintensiv* ist. Zusammengefasst bedeutet dies jedoch, dass *die Rührer-Stromstörerkonfiguration (das Reaktordesign) am beanspruchungsärmsten ist, welche(s) für einen bestimmten spezifischen Leistungseintrag die geringste Rührerumfangsgeschwindigkeit benötigt.*

Folglich konnte durch eine detaillierte Analyse der Messergebnisse die Gleichung 7.12, welche zur Abschätzung der Partikelbeanspruchung in gerührten Reaktoren dient, hergeleitet werden. Diese Gleichung implementiert diverse Rührerformen, Stromstörerkonfigurationen, Füllhöhen sowie eine **Maßstabsübertragung** mit konstanter Rührerumfangsgeschwindigkeit ($w_{tip} = const.$). Des Weiteren wurde die Maßstabsübertragung mit konstanter Rührerumfangsgeschwindigkeit theoretisch abgeleitet (siehe Kapitel 7, Abschnitt *Maßstabsübertragung*) und deren Gültigkeit anhand der eigenen Versuchsdaten (siehe Abbildung 7.5) sowie anhand eines komplexen *Rotor-Stator-Reaktorsystems* (siehe Abbildung 7.6) bestätigt.

Abschließend wurde beispielhaft gezeigt, dass ein schonendes Homogenisieren (siehe Abbildung 7.7) sowie das Abbauen von Oberflächenschichten (siehe Tabelle 7.4) durch Rührorgane mit hohen NEWTON-Zahlen und großen Durchmessern am besten bewerkstelligt wird. Dabei sind unbedingt Stromstörer zu verwenden, da in unbewehrten Reaktoren bei vergleichbarer Durchmischung höhere Partikelbeanspruchungen vorhanden sind (siehe Kapitel 5, Abschnitt *Einfluss der Bewehrung auf die Partikelbeanspruchung*).

Numerische Untersuchungen Der numerische Teil dieser Arbeit befasste sich mit den Geschwindigkeitsgradienten, welche sich aus den mittleren Geschwindigkeiten ableiten lassen. Dabei bestand das Ziel darin, einen Zusammenhang zwischen den Geschwindigkeitsgradienten und der Partikelbeanspruchung herzustellen. Es konnte zunächst gezeigt werden, dass in einem dreidimensionalen Raum die einfache Betrachtung des zweidimensiona-

len Schergradienten nicht zutreffend ist. Weiter wurde festgestellt, dass die von ANSYS [2] angegebene *Shear Strain Rate* eine invariante Darstellung aller Geschwindigkeitsdifferenzen bzw. -gradienten ist. Dadurch können die Gradienten des globalen Koordinatensystems nicht ohne Weiteres als Normal- bzw. Schergradienten betrachtet werden. Daraus resultierend wurde der invariante Geschwindigkeitsgradient in einen *lokalen* Normal-, Scher- und Richtungsgradienten unterteilt. Eine erfolgreiche Implementierung dieser Gleichungen in *CFX-Post* konnte anhand der Fluidströmung in einer Messblende gezeigt werden. Dabei wurde festgestellt, dass in einer Blende, trotz einzelner Bereiche mit sehr hohen Dehnströmungsanteilen, die Scherströmung überwiegt.

Bezüglich der Rührwerksströmungen wurde gezeigt, dass die beanspruchungsintensiven Zonen in unmittelbarer Nähe der Rührorgane ($< 1\%$ des Behältervolumens) vorhanden sind. In dieser Zone sind die Geschwindigkeitsgradienten um Größenordnungen höher als im restlichen Behälter. Konkret wurde die Strömung eines 3x24°-Schrägblattrührers und eines 6-Blatt-Scheibenrührers bei gleichem Leistungseintrag analysiert. *Somit konnte die Ansicht von* LANGER *et al. [48], [49] und* WILLE *et al. [91], [92], [93], dass die Axialrührer höhere Dehnströmungsanteile vorweisen als die Radialrührer, widerlegt werden.* Anhand der eigenen CFD-Simulationen konnte festgestellt werden, dass bei einem Schrägblattrührer die makroskopische Scherströmung (40%-60%) überwiegt. Dagegen sind bei dem 6-Blatt-Scheibenrührer die drei Gradienten (Normal-, Scher- und Richtungsgradienten) nahezu zu gleichen Anteilen vorhanden. Da ein Axialrührer bei gleichem Leistungseintrag schneller rotieren muss als ein Radialrührer, produziert der Axialrührer größere Geschwindigkeitsgradienten. Diese größeren Geschwindigkeitsgradienten ergaben sich eindeutig als Folge der höheren *reinen* Schergradienten (siehe Tabelle 6.3, 6.4 und 8.1). In diesem Sinne können die kleineren Tropfen, die ein Schrägblattrührer bei gleichem Leistungseintrag produziert, auf die größeren, *reinen* Schergradienten zurückgeführt werden (siehe auch WOLLNY [94]).

Anhang

Tabelle 8.1: *Darstellung der simulierten makroskopischen Dehn- und Scherströmungsanteile (siehe beispielhaft Gleichung 6.22 und 6.23) in gerührten Reaktoren ($D = 0,4\ m$, $d/D = 0,33$, $H/D = 1 \rightarrow\ V = 46,5\ L$) im entsprechenden Isovolumen.*

Isovolumen mit:	$\dot{\gamma} \geq 10\ s^{-1}$	$\dot{\gamma} \geq 100\ s^{-1}$	$\dot{\gamma} \geq 200\ s^{-1}$
Volumen V			
6-Blatt-Scheibenrührer	14,7 L	0,32 L	0,03 L
3x24°-Schrägblattrührer	11,8 L	0,14 L	0,03 L
Anteil der Normalgradienten $\dot{\gamma}_{nn}$ (siehe Gleichung 6.22 und 6.23)			
6-Blatt-Scheibenrührer	10,6 %	26,8 %	32,8 %
3x24°-Schrägblattrührer	7,3 %	16,1 %	26,8 %
Anteil der Schergradienten $\dot{\gamma}_{nt}$ (siehe Gleichung 6.22 und 6.23)			
6-Blatt-Scheibenrührer	51,8 %	35,4 %	33,4 %
3x24°-Schrägblattrührer	59,4 %	58,4 %	42,8 %
Anteil der Richtungsgradienten $\dot{\gamma}_{tt}$ (siehe Gleichung 6.22 und 6.23)			
6-Blatt-Scheibenrührer	37,6 %	37,8 %	33,5 %
3x24°-Schrägblattrührer	33,3 %	25,5 %	30,4 %
Mittlerer Geschwindigkeitsgradient: $\dot{\gamma}$			
6-Blatt-Scheibenrührer	20,7 s^{-1}	124,1 s^{-1}	225,4 s^{-1}
3x24°-Schrägblattrührer	20,7 s^{-1}	146,9 s^{-1}	318,6 s^{-1}

Tabelle 8.2: *Vergleich der charakteristischen Tropfendurchmesser im Technikumsmaßstab (H/D=1, $H_S/D = 0,8$; $N_S = 4$; $c_{Öl} = 1,0$ Gew%; $c_T = 0,15$ Gew%: Inline-Endoskop (d_{32}, $d_{P,max}$), FBRM®-Technology (C_{32}, $\overline{C}_0$), Umgerechneten Tropfendurchmesser (d^*_{32}, C^*_{32})*

Rührer	**d/D** [−]	**N** [min^{-1}]	d_{32} [μm]	d^*_{32} [μm]	C^*_{32} [μm]	C_{32} [μm]	$\overline{C}_0$ [μm]	X **[-]**	$d_{P,max}$ **[μm]**	$d_{32}/d_{P,max}$ **[-]**
3x24°-Schrägblattrührer	0,5	107	84,1	78,5	83,9	95,4	51,0	0,88	184	0,46
3x24°-Schrägblattrührer	0,5	134	68,7	56,8	58,7	88,2	47,7	0,67	142	0,48
3x24°-Schrägblattrührer	0,5	150	50,2	49,0	-	-	46,2	-	117	0,43
3x24°-Schrägblattrührer	0,5	150	51,5	52,5	52,5	85,5	46,9	0,62	107	0,48
3x24°-Schrägblattrührer	0,5	182	47,3	44,7	46,3	85,1	45,3	0,54	93	0,51
3x24°-Schrägblattrührer	0,5	230	35,7	35,1	35,9	81,7	42,8	0,44	79	0,45
6-Blatt-Scheibenrührer	0,33	85	108,8	105,6	105,5	100,8	54,1	1,14	213	0,51
6-Blatt-Scheibenrührer	0,33	120	72,7	77,7	83,6	95,3	50,9	0,87	146	0,50
6-Blatt-Scheibenrührer	0,33	145	53,4	57,3	59,5	88,9	47,8	0,67	125	0,43
6-Blatt-Scheibenrührer	0,5	42	126,2	117,0	125,3	100,7	55,1	1,24	235	0,54
6-Blatt-Scheibenrührer	0,5	50	95,8	100,3	-	-	53,5	-	203	0,47
6-Blatt-Scheibenrührer	0,5	60	82,4	87,2	93,8	97,3	52,1	0,97	160	0,51
6-Blatt-Scheibenrührer	0,5	75	60,2	67,3	71,2	92,3	49,5	0,77	140	0,43
6-Blatt-Scheibenrührer	0,5	90	59,4	54,5	56,4	87,6	47,3	0,64	119	0,50
6-Blatt-Scheibenrührer	0,5	100	41,7	49,9	51,0	86,6	46,4	0,60	97	0,43

Tabelle 8.3: *Darstellung der experimentell ermittelten Konstanten $C_{P/m}$, C_{wtip}, der berechneten $C_{wtip,ber}$ (Gleichung 7.7) zur Abschätzung der Partikelbeanspruchung mithilfe der Gleichung 5.13 und $b = 1/3$ bei $H/D = 1$ und $K_B = 0,064$ sowie des Dissipationsverhältnisses $\epsilon_{max}/\bar{\epsilon}$ (Gleichung 7.12)*

Rührer	**Bemerkung**	D [m]	d/D [-]	Ne [-]	$C_{P/m}$ $[m^{5/3} \cdot s^{-1}]$	C_{wtip} $[m^2 \cdot s^{-1}]$	$C_{wtip,ber}$ $[m^2 \cdot s^{-1}]$	$\epsilon_{max}/\bar{\epsilon}$ [-]
6-Blatt-Scheibenrührer	$N_S = 4$; $H_S/D = 0,8$, $N_Z = 2$	0,2	0,49	5,60	42,9	65	56	88
6-Blatt-Scheibenrührer	$N_S = 4$; $H_S/D = 0,8$, $t = 1mm$	0,2	0,49	4,00	34,8	59	58	109
6-Blatt-Scheibenrührer	$N_S = 4$; $H_S/D = 0,8$, $t = 3mm$	0,2	0,49	3,75	34,7	60	59	114
6-Blatt-Scheibenrührer	$N_S = 4$; $H_S/D = 0,8$, $t = 6mm$	0,2	0,49	3,11	36,4	67	60	128
6-Blatt-Scheibenrührer	$N_S = 2$; $H_S/D = 0,8$	0,2	0,49	3,11	32,0	59	60	128
6-Blatt-Scheibenrührer	$N_S = 4$; $H_S/D = 0,76$	0,4	0,50	3,80	24,9	53	58	218
6-Blatt-Scheibenrührer	$N_S = 4$; $H_S/D = 0,76$	0,4	0,33	4,30	21,9	59	64	341
6-Blatt-Scheibenrührer	$N_S = 4$; $H_S/D = 0,4$	0,4	0,33	3,49	21,5	62	65	389
6-Blatt-Scheibenrührer	$N_S = 2$; $H_S/D = 0,76$	0,4	0,33	3,20	21,2	63	66	412
6-Blatt-Scheibenrührer	$N_S = 4$, *Eckstromstörer*	0,4	0,33	2,75	20,2	63	67	454
4x45°-Schrägblattrührer	$N_S = 4$; $H_S/D = 0,8$	0,2	0,66	1,68	33,7	62	60	128
4x45°-Schrägblattrührer	$N_S = 4$; $H_S/D = 0,8$	0,2	0,49	1,27	27,0	67	67	227
ViscoJet®-Rührer	$N_S = 4$; $H_S/D = 0,8$	0,2	0,60	0,61	27,6	76	70	277
ViscoJet®-Rührer	$N_S = 4$; $H_S/D = 0,8$	0,2	0,40	0,66	23,1	81	76	442
ViscoJet®-Rührer	$N_S = 4$; $H_S/D = 0,76$	0,4	0,30	0,60	13,7	76	82	1.358
ViscoJet®-Rührer	$N_S = 2$; $H_S/D = 0,76$	0,4	0,30	0,56	14,1	80	83	1.419
3x24°-Schrägblattrührer	$N_S = 4$; $H_S/D = 0,8$	0,2	0,49	0,34	21,0	81	79	528
3x24°-Schrägblattrührer	$N_S = 4$; $H_S/D = 0,76$	0,4	0,50	0,26	16,0	83	81	1.206
3x24°-Schrägblattrührer	$N_S = 4$; $H_S/D = 0,76$	0,4	0,33	0,31	13,3	86	87	1.834

9. Köthener Rührer-Kolloquium 2006

Rühren in der Technischen Kristallisation: Ulrich, J.; Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Institut für Verfahrenstechnik

Berechnung der turbulenten Partikeldispersion im Rührbehälter mit dem Euler/Lagrange-Verfahren: Horender, S.; Sommerfeld, M.; Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Institut für Verfahrenstechnik

Untersuchungen zur Partikelbeanspruchung in turbulenten Rührwerksströmungen: Wollny, S.; Hochschule Anhalt (FH), Köthen

Tropfenzerfall in gerührten Flüssig/flüssig-Systemen: Maaß, S.; Gäbler, A.; Wegener, M.; Zaccone, A.; Paschedag, A.R.; Kraume, M.; Technische Universität Berlin, Fachgebiet Verfahrenstechnik

Charakterisierung der Herstellung von Emulsionen in Rührbehältern mit Hilfe von Scherratenverteilungen: Riest, M.; Degussa AG, Verfahrenstechnik

Partikelmessung in Rührreaktoren: Worlitschek, J.; Hsiao, G.; De Buhr, J.; Machado, R.; Metter Toledo, AutoChem, Scherzenbach, CH

Maßstabsvergrößerung begaster Rührkessel in der Biotechnologie - Vorhersage örtlicher Gelöstsauerstoffkonzentrationen mit Fluent:; Martens, S.; Schütze, J.; Fluent Deutschland GmbH, Darmstadt

ISBN-13: 978-3-86011-012-6

10. Köthener Rührer-Kolloquium 2007

Zum Einfluss der Dehnung auf die Partikelbeanspruchung in turbulenten Strömungen: Langer, G.; Universität Dortmund

Turbulente Schubspannung und hydrodynamische Partikelbeanspruchung im Rührkessel: Geisler, R.; List AG, Arisdorf, CH

Einfluss von Elektrolyten und Turbulenzparametern auf Tropfengrößenverteilungen in gerührten Flüssig/flüssig-Systemen: Maaß, S.; Paschedag, A.R.; Kraume, M.; Technische Universität Berlin, Fachgebiet Verfahrenstechnik

Ansätze zur Quantifizierung der mechanischen Beanspruchung von filamentös wachsenden Mikroorganismen in Rührkesselreaktoren: Appel, C.; Hagemann, T.; Stinzing, A.; Krull, R.; Technische Universität Braunschweig, Institut für Bioverfahrenstechnik; Kähler, C.J.; Technische Universität Braunschweig, Institut für Strömungsmechanik

Numerische Untersuchungen und Bewertungen zur Fluidbeanspruchung: Kassera, V.; CFD Consultants GmbH; Jantzen, H.-A.; Fachhochschule Münster

Partikelbrüche in instationären Strömungen - welche Fluidstrukturen sind relevant?: Horender, S.; Sommerfeld, M.; Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Zentrum für Ingenieurwissenschaften

Strömungsabhängige Darstellung des Tensors der Geschwindigkeitsgradienten: Krause, B.; Hochschule Anhalt (FH), Köthen

Numerische Untersuchungen von Partikelbeanspruchungen in turbulenten Strömungen mit Hilfe der strömungsabhängigen Gradienten: Wollny, S.; Sperling, R.; Heun, G.; Hochschule Anhalt (FH), Köthen; Ritter, J.; Bayer Technology Services GmbH, Leverkusen

ISBN-13: 978-3-86011-015-7

Literaturverzeichnis

[1] Angst, R.: „Dispersphasenverteilung und Fluiddynamik in Suspensionsrührbehältern“; *Dissertation*, Technische Universität Berlin 2006.

[2] Ansys-CFX, Release 11.0; *Manual*, 2007.

[3] Baldi, S.; Yianneskis, M.: „On the quantifcation of energy dissipation in the impeller stream of a stirred vessel from fluctuating velocity gradient measurements“; *Chemical Engineering Science, Volume 59 (2004), Issue 13, Pages 2659-2671.* DOI: 10.1016/j.ces.2004.03.021

[4] Baldyga, J.; Bourne, J.R.; Pacek, A.W.; Amanullah, A.; Nienow, A.W.: „Effects of agitation and scale-up on drop size in turbulent dispersion: allowance for intermittency“; *Chemical Engineering Science, Volume 56 (2001), Issue 11, Pages 3377-3385.* DOI: 10.1016/S0009-2509(01)00027-6

[5] Batchelor, G.K.: „The Theory of Homogeneous Turbulence“; *Campridge University Press*, Campridge 1953.

[6] Berger, K.; Schramm, W.: „Der Einsatz von Gerinnungsfaktoren in der Hämophilie-Therapie. Gesundheitsökonomische Aspekte“; *Pharmazie in unsere Zeit, Volume 35 (2006), Issue 1, Pages 66-73.* DOI: 10.1002/pauz.200500157

[7] Biedermann, A.: „Scherbeanspruchung in Bioreaktoren“; *Dissertation*, Universität zu Köln 1994.

[8] Brodkey, R.S.: „Turbulence in Mixing Operations. Theory and Application to Mixing Reaction“; *Academic Press*, New York 1975.

[9] Beshay, K.R.; Kratena, J.; Fort, I.; Bruha, O.: „Power Input of High-Speed Rotary Impellers“; *Acta Polytechnica, Volume 41 (2001), Pages 18-23.*

[10] Bohl, W.: „Technische Strömungslehre“; *Vogel Buchverlag, Würzburg 1991.*

[11] Bödeker, B.: „Rekombinante Faktoren der Blutgerinnung. Entwicklung und Produktion aus tierischer Zellkultur“; *Pharmazie in unserer Zeit, Volume 35 (2006), Issue 1, Pages 40-45.* DOI: 10.1002/pauz.200500154

[12] Brod, H.; Frahm, B.; Kirchner, S.; Kauling, J.; Langer, U.; Bödeker, B.: „Dynamische Membranbegasung im Bioreaktor zur Intensivierung der Sauerstoffversorgung empfindlicher Zelllinien“; *Chemie Ingenieur Technik, Volume 79 (2007), Issue 7, Pages 1052-1058.* DOI: 10.1002/cite.200700070

[13] Büscher, K.: *Diplomarbeit*, Universität-GH Paderborn, Paderborn 1993.

[14] Büscher, K.; Hempel, D.C.: „Bestimmung der Schubspannung durch mechanische Beanspruchung eines Flockensystems in einer zweiphasig betriebenen Blasensäule“; *Chemie Ingenieur Technik, Volume 68 (1996), Issue 11, Pages 1452-1455.* DOI: 10.1002/cite.330681112

[15] Chapple, D.; Kresta, S.M.; Wall, A.; Afacan, A.: „The effect of impeller and tank geometry on power number for a pitched blade turbine“; *Chemical Engineering Research and Design, Volume 80 (2002), Issue 4, Pages 364-372.* DOI: 10.1205/026387602317446407

[16] Delafosse, A.; Morchain, J.; Guiraud, P.; Line, A.: „Trailing vortices generated by a Rushton turbine: Assessment of URANS and large Eddy simulations“; *Chemical Engineering Research and Design, Volume 87 (2009), Issue 4, Pages 401-411.* DOI: 10.1016/j.cherd.2008.12.018

[17] Dinhof, P.: „Untersuchungen zur Beeinflussung der Scherempfindlichkeit von CHO-Zellen durch Lipoide und Cyclodextrine in proteinfreiem Medium“, *Dissertation*, Universität Hannover 2001.

[18] DRK-Blutspendedienst; www.drk.de/alt/blutspendedienst/statistik/jahresbericht.php (Stand 06.08.2009).

[19] Eibl, R.; Eibl, D.; Pörtner, R.; Catapano, G.; Czermak, P.: „Cell and Tissue Reaction Engineering“; *Springer-Verlag, Berlin 2009.*

[20] Ekato: „Handbuch der Rührtechnik“; *Zweite, vollständig überarbeitete Ausgabe 2000.*

[21] Website der Fa. Ekato: http://www.ekato.com/de/produkte/ekato-rmt/produkte/ekato-ruehrorgane/scheibenruehrer/, (Stand 17.11.2009) und http://www.ekato.com/de/produkte/ekato-rmt/fe/dispergieren/, (Stand 17.11.2009).

[22] Gabriele, A.; Nienow, A.W.; Simmons, M.J.H.: „Use of angle resolved PIV to estimate local specific energy dissipation rates for up- and down-pumping pitched blade agitators in a stirred tank“; *Chemical Engineering Science, Volume 64 (2009), Issue 1, Pages 126-143.* DOI: 10.1016/j.ces.2008.09.018

[23] Gabriele, A.; Nienow, A.W.; Simmons, M.J.H.: Corrigendum to „Use of angle resolved PIV to estimate local specific energy dissipation rates for up- and down-pumping pitched blade agitators in a stirred tank“; *Chemical Engineering Science, Volume 64 (2009), Issue 19, Page 4196.* DOI: 10.1016/j.ces.2009.06.032

[24] Gäbler, A.: „Experimentelle Untersuchungen, Modellierung und Simulation gerührter Flüssig/flüssig-Systeme mit veränderlichen Stoff-und Betriebsparametern“; *Dissertation*, Technische Universität Berlin 2007.

[25] Geisler, R.: „Fluiddynamik und Leistungseintrag in turbulent gerührten Suspensionen“; *Dissertation*, Technische Universität München 1991.

[26] Gill, N.K.; Appleton, M.; Baganz, F.; Lye, G.J.: „Design and characterisation of a miniature stirred bioreactor system for parallel microbial fermentations“; *Biochemical Engineering Journal, Volume 39 (2008), Issue 1, Pages 164-176.* DOI: 10.1016/j.bej.2007.09.001

[27] Greaves, D.; Boxall, J.; Mulligan, J.; Montesi, A.; Creek, J.; Sloan, E.D.; Koh, C.A.: „Measuring the particle size of a known distribution using the focused beam reflectance measurement technique“; *Chemical Engineering Science, Volume 63 (2008), Issue 22, Pages 5410-5419.* Doi: 10.1016/j.ces.2008.07.023

[28] Hamouz, A.E.; Cooke, A.; Kowalski, A.; Sharrat, P.: „Dispersion of silicone oil in water surfactant solution: Effect of impeller speed, oil viscosity and addition point on drop size distribution“; *Chemical Engineering and Processing, Volume 48 (2009), Issue 2, Pages 633-642.* DOI: 10.1016/j.cep.2008.07.008

[29] Produktkatalog der Fa. Heidoplh, 2008.

[30] Heinrich, J.: „Determination of Crystallization Kinetics using In-Situ Measurement Techniques and Model-Based Experimental Design & Analysis“; *Dissertation*, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg 2008.

[31] Henzler, H.-J.; Biedermann, A.: „Beanspruchung von Partikeln in Rührreaktoren“; *Chemie-Ingenieur Technik, Volume 66 (1994), Issue 2, Pages 209-211.* DOI: 10.1002/cite.3306600216

[32] Henzler, H.-J.; Biedermann, A.: „Modelluntersuchungen zur Partikelbeanspruchung in Reaktoren“; *Chemie-Ingenieur Technik, Volume 68 (1996), Issue 22, Pages 1546-1561.* DOI: 10.1002/cite.330681205

[33] Henzler, H.-J.: „Particle Stress in Bioreactors“; *Biotechnology, Volume 67 (Pages 35-82), Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2000.*

[34] Hertwig, K.; Martens, L.: „Chemische Verfahrenstechnik-Berechnung, Auslegung und Betrieb chemischer Reaktoren“; *Oldenbourg Wissenschaftsverlag GmbH, München 2007.*

[35] Hoffmann, J.; Tralles, S.; Hempel, D.C.: „Testsystem zur Untersuchung der mechanischen Beanspruchung von Partikeln in Bioreaktoren“; *Chemie Ingenieur Technik, Volume 64 (1992), Issue 10, Pages 553-557.* DOI: 10.1002/cite.330641022

[36] Hoffmann, J.; Büscher, K.; Hempel, D.C.: “Ermittlung der maximalen Scherspannung in Rührbehältern“; *Chemie Ingenieur Technik 67 (1995), Issue 2, Pages 210-214.* DOI: 10.1002/cite.330670219

[37] Horender, S.; Sommerfeld, M.: „Partikelbrüche in instationären Strömungen - welche Fluidstrukturen sind relevant?“; *10. Köthener Rührer-Kolloquium*, Köthen 2007.

[38] Huchet, F.; Line, A.; Morchain, J.: „Evaluation of local kinetic energy dissipation rate in the impeller stream of a Rushton turbine by time-resolved PIV“; *Chemical Engineering Research and Design, Volume 87 (2009), Issue 4, Pages 369-376.* DOI: 10.106/j.cherd.2008.11.012

[39] Hülscher, M.: „Auslegung von Airlift-Schlaufenreaktoren für die Kultivierung von Tierzellen im Hinblick auf die Zellschädigungen“; *Fortschritt-Berichte VDI, Reihe 3, Verfahrenstechnik, Nr. 229, 1990.*

[40] Internetauftritt der Fa. Inotec: http://www.inotec-gmbh.com/ino/23347_DE-Das_Ruehrsystem-Vorteile.htm, (Stand 14.11.2009).

[41] Jenne, M.; Reuss, M.: „A critical assessment on the use of k-ϵ turbulence models for simulation of the turbulent liquid flow induced by a Rushton-turbine in a baffled stirred-tank reactors“; *Chemical Engineering Science, Volume 54 (1999), Issue 17, Pages 3921-3941.* DOI: 10.1016/S0009-2509(99)00093-7

[42] Joshi, J.B.; Ghadge, R.S.; Patwardhan, A.W.; Sawant, S.B.: „Effect of flow pattern on celluase deactivation in stirred tank bioreactors“; *Chemical Engineering Science, Volume 60 (2005), Issue 4, Pages 1067-1083.* DOI: 10.1016/j.ces.2004.09.069

[43] Karbstein, H.: „Untersuchungen zum Herstellen und Stabilisieren von Öl-in-Wasser-Emulsionen“; *Dissertation*, Universität Fridericiana Karlsruhe 1994.

[44] Kempkes, M.; Eggers, J.; Mazzotti: „Measurement of particle size and shape by FBRM and in situ microscopy“; *Chemical Engineering Science, Volume 63 (2008), Issue 19, Pages 4656-4675.* DOI: 10.1016/j.ces.2007.10.030

[45] Knoch, A.: „Emulgieren im Rührapparat“; *Chemie Ingenieur Technik, Volume 74 (2002), Issue 10, Pages 1369-1379.* DOI: 10.1002/1522-2640(20021015)74:10<1369::AID-CITE1369>3.0.CO;2-J

[46] Kraume, M. (Hrg.): „Mischen und Rühren - Grundlagen und moderne Verfahren“, *WILEY-VCH Verlag GmbH und Co.KGaA, Weinheim, 2003.*

[47] Krause, B.: „Strömungsabhängige Darstellung des Tensors der Geschwindigkeitsgradienten“; *10. Köthener Rührer-Kolloquium* Köthen 2007.

[48] Langer, G.; Deppe, A.: „Zum Verständnis der hydrodynamischen Beanspruchungen von Partikeln in turbulent gerührten Rührerströmungen“; *Chemie Ingenieur Technik, Volume 72 (2000),Issue 1-2, Pages 31-41.* DOI: 10.1002/1522-2640(200001)72:1/2<31::AID-CITE31>3.0.CO;2-O

[49] Langer, G.: „Zum Einfluss der Dehnung auf die Partikelbeanspruchung in turbulenten Strömungen“; *10. Köthener Rührer-Kolloquium*, Köthen 2007.

[50] Laufhütte, H.-D.: „Turbulenzparameter in gerührten Fluiden“; *Dissertation*, Technische Universität München 1986.

[51] Larisch, K.: „Apotheke Mensch“ vom 12.01.2004: www.netdoktor.de/Magazin/Apotheke-Mensch-4038.html, (Stand 06.08.2009).

[52] Liepe, F.; Sperling, R.; Jembere, S.: „Rührwerke - Theoretische Grundlagen, Auslegung und Bewertung“; *Eigenverlag Fachhochschule Köthen, 1998.*

[53] Liepe, F.; Möckel, H.-O.: „Stoffvereinigen in fluiden Phasen - Verfahrenstechnische Berechnungsmethoden, Teil 4/1“; *VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1988.*

[54] Liepe, F.; Weißgärber, H.: „Stoffvereinigen in fluiden Phasen - Verfahrenstechnische Berechnungsmethoden, Teil 4/2“; *VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1988.*

[55] Liao, Y.; Lucas, D.: „A literature review of theoretical models for drop and bubble breakup in turbulent dispersions“; *Chemical Engineering Science, Volume 64 (2009), Issue 15, Pages 3389-3406.* DOI: 10.1016/j.ces.2009.04.026

[56] Maaß, S.; Metz, F.; Lutz, E.; Rehm, T.; Kraume, M.: „Experimentelle und numerische Untersuchungen von gerührten Flüssig/ flüssig-Systemen für die PVC-Produktion mit mehrstufigen Rührsystemen“; *ProcessNet-Fachausschuss „Mischvorgänge“, Eisenach 31.03.-01.04.2008.*

[57] Maaß, S., Wollny, S.; Voigt, A.; Kraume, M.: „Overview and experimental comparison of measurement techniques for drop size distributions in liquid/liquid dispersions“, *Experiments in Fluids , 2009, eingereicht.*

[58] Maaß, S.; Metz, F.; Rehm, T.; Kraume, M.: „Prediction of drop sizes for suspension polymerization in slim reactors - Part I: Single Stage Stirrers“; *vorbereitet, 2009.*

[59] Mettler-Toledo: *Produktunterlagen, Giesen 2006.*

[60] Möckel, H.-O.: *Dissertation, IH Köthen, 1977.*

[61] Moreira, J.L.; Cruz, P.E.; Santana, P.C.; Aunins, J.G.; Carrondo, M.J.T.: „Formation and disruption of animal cell aggregates in stirred vessels: Mechanisms and kinetic studies“; *Chemical Engineering Science, Volume 50 (1995), Issue 17, Pages 2747-2764.* DOI: 10.1016/0009-2509(95)00118-O

[62] Peter, C.P.; Suzuki, Y.; Büchs, J.: „Hydromechanical stress in shake flasks: Correlation for the maximum local energy dissipation rate“; *Biotechnology and Bioengineering, Volume 93 (2006), Issue 6, Pages 1164-1176.* DOI: 10.1002/bit.20827

[63] Pohlscheidt, M.: „Entwicklung und Optimierung eines Verfahrens zur Viruspropagation von Parapoxvirus Ovis NZ-2“; *Dissertation*, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg 2005.

[64] Pohlscheidt, M.; Bödeker, B.; Langer, U.; Apeler, H.; Hörlein, H.-D.; Rübsamen-Waigmann, H.; Reichl, U.; Henzler, H.-J.: „Auslegungsunterlagen für Bioreaktoren zur Maßstabsvergößerung eines microcarrierbasierenden Virusproduktionsprozesses“; *Chemie-Ingenieur Technik, Volume 80 (2008), Issue 6, Pages 821-830.* DOI: 10.1002/cite.200700125

[65] Ritter, J.; Kraume, M.: „Inline-Messtechnik zur Tropfengrößenbestimmung in flüssigen Zweiphasensystem bei hohen Dispersphasenanteilen“; *Chemie Ingenieur Technik, Volume 71 (1999), Issue 7, Pages 717-720.* DOI: 10.1002/cite.330710714

[66] Ritter, J.: „Dispergierung und Phasentrennung in gerührten Flüssig/flüssig- Systemen“;*Dissertation*, Technische Universität Berlin 2002.

[67] Riest, K.: „Charakterisierung der Herstellung von Emulsionen in Rührbehältern mit Hilfe von Schergradientenverteilungen“; *Chemie Ingenieur Technik, Volume 77 (2005), Issue 8, Page 1056.* DOI: 10.1002/cite.200590097

[68] Riest, K.: „Charakterisierung der Herstellung von Emulsionen in Rührbehältern mit Hilfe von Schergradientenverteilungen“; *9. Köthener Rührer-Kolloquium*, Köthen 2006.

[69] Schäfer, M.: „Charakterisierung, Auslegung und Verbesserung des Makro- und Mikromischens in gerührten Behältern“; *Dissertation*, Universität Erlangen-Nürnberg 2001.

[70] Schlichting, H.: „Boundary-Layer Theorie“; *Reprint, New York: McGraw-Hill, 1979.*

[71] Schlichting, H.; Gersten, K.: „Grenzschicht-Theorie“; *Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2006.*

[72] Schmid, R.D.: „Taschenatlas der Biotechnologie und Gentechnik“; *Whiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim 2002.*

[73] Schmidt, E.: „Elektrische Beeinflussung der Partikelabscheidung in Oberflächenfiltern“; *Dissertation*, Universität Fridericiana Karlsruhe 1991.

[74] Schmidt, E.; Löffler, F.: „The Analysis of Dust Cake Structures“; *Particle & Particle Systems Characterization, Volume 8 (1991), Pages 105-109.*

[75] Shinnar, R.: „On the behaviour of liquid dispersions in mixing vessels“; *Journal of Fluid Mechanics, Volume 10 (1961), Pages 259-275.*

[76] Sprow, F.B.: „Distribution of drop sizes produced in turbulent liquid-liquid dispersions“; *Chemical Engineering Science, Volume 22 (1967), Issue 3, Pages 435-442.* DOI: 10.1016/0009-2509(67)80130-1

[77] Stamatoudis, M.; Giapos, A.; Pachatouridis, C.: „Effect of the number of impeller blades on the drop sizes in agitated dispersions“; *Chemical Engineering Research and Design, Volume 83 (2005), Issue 12, Pages 1425-1430.* DOI: 10.1205/cherd.04167

[78] Stamatoudis, M.; Naseef, H.; Soultan, A.: „Effect of impeller blade height on the drop size distribution in agitated dispersions“; *Chemical Engineering & Technology, Volume 29 (2006), Issue 5, Pages 583-587.* DOI: 10.1002/ceat.200500128

[79] Stamatoudis, M.; Sechremelie, D.; Stampouli, A.: „Comparison of mean drop sizes and drop size distributions in agitated liquid-liquid dispersions by disk and open type impeller“; *Chemical Engineering Journal, Volume 117 (2006), Issue 2, Pages 117-122.* DOI: 10.1016/j.cej.2005.12.015

[80] Stintzing, A.; Pilz, R.D.; Hempel, D.C.; Krull, R.: „Mechanische Beanspruchungen in Mehrphasenreaktoren“; *Chemie Ingenieur Technik, Volume 80 (2008), Issue 12, Pages 1837-1842.* DOI: 10.1002/cite.200800098

[81] Stoots, C.M.; Calabrese, R.V.: „Mean Velocity Field to a Rushton Turbine Blade“; *American Institute of Chemical Engineers Journal, Volume 41 (1995), Issue 1, Pages 1-11.* DOI: 10.1002/aic.690410102

[82] Surek, D.; Stempin, S.: „Angewandte Strömungsmechanik für Praxis und Studium“; *Teubner Verlag / GWV Fachverlage GmbH, Wiesbaden 2007.*

[83] Tchachnikova, M.: „Untersuchung der Bildung von Grenzflächenmizellen im Rahmen der Entwicklung von Tensid-Referenzmaterialien“; *Dissertation*, Freie Universität Berlin 2003.

[84] Tralles, S.: „Entwicklung eines Testsystems zur Bestimmung der Scherbeanspruchung in Bioreaktoren“; *Diplomarbeit*, Universität-GH Paderborn 1989.

[85] Ulrich, J.: „Rühren in der Technischen Kristallisation“; *9. Köthener Rührer- Kolloquium*, Köthen 2006.

[86] Umhack, R.: „Rührwerksuntersuchungen bezüglich der lokalen Energiedissipation in Bioreaktoren“; *Chemie Ingenieur Technik, Volume 80 (2008), Issue 9, Page 1329.* DOI: 10.1002/cite.200750695

[87] VDI-Wärmeatlas: „Berechnungsblätter für den Wärmeübergang - 6., erweiterte Auflage“; *VDI-Verlag GmbH, Düsseldorf 1991.*

[88] Welt-Online; Zeitungsbericht mit dem Titel: „Erste Krankenkasse verlangt Zusatzbeitrag“; *Welt-Online vom 19.08.2009*; http://www.welt.de/wirtschaft/article4351188/Erste-Krankenkasse-verlangt-Zusatzbeitrag.html (Stand 14.11.2009).

[89] Werner, F.C.: „Über die Turbulenz in gerührten newtonschen und nicht-newtonschen Fluiden“; *Dissertation*, Technische Universität München 1997.

[90] Wichterle, K.: „Drop Breakup by Impellers“; *Chemical Engineering Science, Volume 50 (1995), Issue 22, Pages 3581-3586.* DOI: 10.1016/0009-2509(95)00208-M

[91] Wille, M.: Zum Einfluss makroskopischer Dehnströmungen auf die Tropfenbeanspruchung beim Flüssig/flüssig-Dispergieren in turbulenten Rührerströmungen“; *Dissertation*, Universität Dortmund 2000.

[92] Wille, M.; Langer, G.; Werner, U.: „PDA Measurement of Drop Size Distribution for Liquid-Liquid Dispersing in Agitated Tanks“; *Chemical Engineering & Technology, Volume 24 (2001),Issue 5, Pages 475-479.* DOI: 10.1002/1521-4125(200105)24:5<475::AID-CEAT475>3.0.CO2;2-L

[93] Wille, M.; Langer, G.; Werner, U.: „PDA Messung der Tropfengrößenverteilung beim Flüssig/Flüssig-Dispergieren im Rührbehälter“; *Chemie Ingenieur Technik, Volume 72 (2000), Issue 8, Pages 858-862.* DOI: 10.1002/1522-2640(200008)72:8<858::AID-CITE858>3.0.CO;2-4

[94] Wollny, S.; Sperling, R.; Heun, G.; Ritter, J.: „Numerische Untersuchungen von Partikelbeanspruchungen in turbulenten Strömungen mithilfe der strömungsabhängigen Gradienten“; *10. Köthener Rührer-Kolloquium*, Köthen 2007.

[95] Worlitschek, J.: „Monitoring, Modeling and Optimization of Batch Cooling Crystallization“; *Dissertation*, ETH Zürich 2003.

[96] Worlitschek, J.; Hsiao, G.; De Buhr, J.; Machado, R.: „Partikelmessungen in Rührreaktoren“; *9. Köthener Rührer-Kolloquium*, Köthen 2006.

[97] Wu, J.; Graham, L.J.; Mehidi, N.N.: „Estimation of Agitator Flow Shear Rate“; *American Institute of Chemical Engineers Journal, Volume 52 (2006), Issue 7, Pages 2323-2332; doi:10.1002/aic.10857.*

[98] Yapici, K.; Karasozen, B.; Schäfer, M.; Uludag, Y.: „Numerical investigation of the effect of the Rushton type turbine design factors on agitated tank flow characteristics“; *Chemical Engineering and Processing, Volume 47 (2008), Issue 8, Pages1340-1349; doi:10.1016/j.cep.2007.05.002.*

[99] Zhou, G.; Kresta, S.M.: „Impact of tank geometry on the maximum turbulence energy dissipation rate for impellers“; *American Institute of Chemical Engineers Journal, Volume 42 (1996), Issue 9, Pages 2476-2490; doi:10.1002/aic.690420908.*

[100] Zhou, G.; Kresta, S.M.: „Correleation of mean drop size and minimum drop size with the turbulence energy dissipation and the flow in an agitated tank“; *Chemical Engineering Science, Volume 53 (1998), Issue 11, Pages 2063-2079; doi:10.1016/S0009-2509(97)00438-7.*

[101] Zhou, G.; Kresta, S.M.: „Evolution of drop size distribution in liquid-liquid dispersions for various impellers“; *Chemical Engineering Science, Volume 53 (1998), Issue 11, Pages 2099-2113; doi:10.1016/S0009-2509(97)00437-5.*

[102] Zlokarnik, Marko: „Trombentiefe beim Rühren in unbewehrten Behältern“; *Chemie Ingenieur Technik, Volume 43 (1971), Issue 18, Pages 1028-1030; doi:10.1002/cite.330431807.*

[103] Zlokarnik, Marko: „Rührtechnik - Theorie und Praxis“; *Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1999.*