

Ermittlung der Feststoffkonzentration in Mehrphasenreaktoren mittels Röntgen-CT

Sebastian GEHRKE, Karl-Ernst WIRTH, Lehrstuhl für Feststoff- und Grenzflächenverfahrenstechnik, Universität Erlangen-Nürnberg

Kurzfassung. Hochbeladene Mehrphasenströmungen finden Anwendung in Form von Riserreaktoren in der Industrie, z.B. bei heterogen-katalysierten Gas-Feststoff-Reaktionen und Polymerisationsprozessen. Bei schnell ablaufenden heterogen-katalysierten Gas-Feststoff-Reaktionen hängen Umsatzgrad und Selektivität in maßgeblicher Weise von dem im Reaktor vorliegenden Strömungszustand ab. Der Feststoff wird im Riser mit dem Gas vertikal aufwärts transportiert und vermischt sich mit der Gasphase. Riserreaktoren zeichnen sich dabei durch einen großen spezifischen Feststoffmassenstrom aus. Die Röntgen-CT ermöglicht die Bestimmung der radialen und axialen Feststoffkonzentrationsverteilung und damit die Charakterisierung des Strömungszustands. Der Vortrag berichtet über Anwendungsbeispiele und zeigt Perspektiven für laufende Forschungsprojekte auf.

Folie 3: Motivation

In der Chemietechnik und Verfahrenstechnik besteht eine Hauptaufgabe darin, das Prozessieren von Chemikalien und Materialien im technischen Maßstab zu ermöglichen. Dabei ist es nötig Reaktionen aus dem Reagenzglas auf den industriellen Betrieb hochzuskalieren. Das Scale-up wird durch verschiedene Schwierigkeiten begleitet. So ist die Verteilung der Reaktionspartner im "Reaktor" Reagenzglas nahezu homogen während in Reaktoren in industrieller Größenordnung Inhomogenitäten auftreten, die massiv die Reaktion beeinflussen. Eine gezielte Reaktionsführung ist nur möglich, wenn die Struktur der Phasenverteilung bekannt ist.

Folie 4: Reaktorkonzepte

Am Lehrstuhl für Feststoff- und Grenzflächenverfahrenstechnik in Erlangen wurden zwei viel versprechende Gas-Feststoff-Reaktorkonzepte als Modellanlagen im Pilotmaßstab aufgebaut und in Bezug auf die Feststoffverteilung charakterisiert. Das Riser-Regenerator-Konzept beinhaltet einen Aufstromreaktor (Riser) in dem ein gasförmiges Edukt zusammen mit einem Feststoffkatalysator zu einem Produkt umgesetzt wird. Der Feststoff wird in einem Regenerator aufgearbeitet und wieder in den Riser eingespeist. Im Downer-Regenerator-Konzept findet die Vermischung von Feststoff und Gas am Kopf der Anlage statt und beide Phasen werden am Boden des Abstromreaktors (Downer) wieder ausgespeist. Im Fokus der Untersuchungen lag dabei die Feststoffverteilung, die über zwei Messverfahren bestimmt wurde.

Folie 5: Röntgen-CT und Kapazitive Sondenmesstechnik 1

Die verwendeten Messverfahren sind zum einen die Röntgen-Computertomographie und zum anderen ein kapazitives Sondenmesssystem. Beide Messverfahren ergänzen sich in den drei Merkmalen: räumliche Auflösung, zeitliche Auflösung und invasiv / nicht invasiv. Die Röntgen-CT bietet den überragenden Vorteil, den gesamten Querschnitt mit einer Messung zu charakterisieren. Eine zeitliche Auflösung der Feststoffverteilung und damit auch die Erfassung der Feststoffbewegung innerhalb des Messobjekts sind hingegen nur über die Sondenmesstechnik erreichbar.

Folie 6: Röntgen-CT und Kapazitive Sondenmesstechnik 2

Im Bestand des Lehrstuhls in Erlangen befinden sich zwei Röntgen-Computertomographen. Diese bieten eine maximale Beschleunigungsspannung von 60 und 160 kV. Beide Messinstrumente verfügen über Lineardetektoren der Firma Thales mit 1024 sensitiven Elementen. Die maximal erreichbare Auflösung liegt bei 200 μm .

Folie 7: Feststoffverteilung Riser / Downer

Aus den gezeigten Tomographien ist ersichtlich, dass sich die Feststoffverteilung in einem Riser deutlich von der in einem Downer unterscheiden kann. Im Riser zeigt sich ein radiales Profil in dem die Konzentration zum Rand hin stetig zunimmt. Dagegen ist im Downer im Randbereich eine stark verminderte Feststoffkonzentration erkennbar. Aus reaktionstechnischer Sicht ergeben sich deshalb für den Betrieb solcher Reaktoren verschiedene Anwendungsgebiete. Im Riser-Reaktor ist die Ein- und Auskopplung von Wärme über die Reaktorwände durch die hohe Konzentration im Randbereich sehr einfach. Damit lassen sich Reaktionen realisieren, die große Enthalpien freisetzen oder verbrauchen. Im Downer hingegen ist der Wärmeübergang an der Reaktorwand durch das dort vorliegende Luftpolster limitiert. Durch das Luftpolster ergibt sich allerdings die Möglichkeit Feststoffe zu nutzen die zu Anbackungen an der Rohrwand neigen oder stark abrasiv wirken, da der Feststoff nahezu keinen Wandkontakt eingeht. Anhand von drei Beispielen möchte ich Ihnen nun vorstellen, wie die Röntgen-Computertomographie an unserem Lehrstuhl in Erlangen genutzt wurde, um Riser-Reaktoren zu charakterisieren.

Folie 8: Optimierung des Einlaufbereichs 1

Ich habe hier noch einmal vergrößert die Prinzipskizze des Riser-Reaktor-Konzeptes dargestellt. Innerhalb des Riser-Aufstrombereichs erfolgt eine axiale Entwicklung des Strömungszustands. Ungleichverteilungen die durch die Einmischung des Feststoffs im Fußbereich der Anlage entstehen, prägen die Strömung und verlängern die Einlaufstrecke, nach der im Riser ein voll entwickelter Strömungszustand vorliegt. Um diese Strecke zu minimieren, wurden unterschiedliche Gasverteiler am Fuß der Anlage eingebaut und die Auswirkung auf die Feststoffkonzentrationsverteilung mit Hilfe der Röntgen-CT untersucht. Dabei kamen verschiedene Konfigurationen mit und ohne Injektorlanzen zum Einsatz.

Folie 9: Optimierung des Einlaufbereichs 2

Sie sehen aufgetragen die relative Feststoffkonzentration in Kreisabschnitte von 15° über die gesamte Kreisfläche des Einlaufbereichs. Es zeigt sich, dass die Standardabweichung für eine Konfiguration mit einer bestimmten Injektorlanze einen minimalen Wert von weniger als sechs Prozent annimmt. Somit war es möglich anhand der Computertomographie die optimale Lösung auszuwählen und den Einlaufbereich hinsichtlich einer homogenen Feststoffverteilung zu optimieren.

Folie 10: Kalibrierung eines Sondenmesssystems bei erhöhter Temperatur

Neben der Computertomographie werden auch lokal messende kapazitive Sonden verwendet, um die Feststoffverteilung und vor Allem die Feststoffbewegung zu bestimmen. Die Kalibrierung der kapazitiven Sonden erfolgt in einer dafür konzipierten Fallrohranlage, die unter Umgebungstemperaturen arbeitet. Für die Kalibrierung bei höheren Temperaturen wurde ein Tomogramm erstellt und die radiale Feststoffkonzentrations-verteilung im Riser bei einer Temperatur von 200°C bestimmt. Darauf folgend wurde der radiale Verlauf des Messsignals einer kapazitiven Sonde an der gleichen Höhenposition der Anlage aufgenommen. Die Sonden-signale wurden den Feststoffkonzentrationen aus der Röntgen-CT zugeordnet und dadurch eine Kalibrierfunktion bestimmt, die eine Auswertung des Sonden-signals bei einer Anlagentemperatur von 200°C ermöglicht.

Folie 11: Charakterisierung der Flüssig-Feed-Einspeisung 1

Zuletzt möchte ich Ihnen ein laufendes Forschungsprojekt vorstellen. In industriellen Reaktoren wird das Edukt häufig in Form einer Flüssigkeit dem Reaktor zugeführt. Dieses flüssige Edukt interagiert sodann mit heißem Reaktormaterial und es erfolgt der Übergang in die Gasphase, in der die chemische Reaktion abläuft. Die Vorteile dieser Flüssig-Feed-Einspeisung sind zum einem der deutlich verringerte Aufwand gegenüber einer gasförmigen Eduktzugabe und zum anderen die Möglichkeit Wärme aus dem Reaktor durch die Verdampfungsenthalpie auszukoppeln, den Wärmehaushalt des Reaktors zu steuern. Die Anforderungen nach einer möglichst homogenen Phasen- und Temperaturverteilung sind durch die Flüssig-Feed-Einspeisung jedoch nur bedingt erfüllbar. Dadurch ergibt sich die Notwendigkeit den Prozess der Vermischung und Verdampfung physikalisch zu modellieren und daraus Hinweise abzuleiten, wie die Flüssig-Feed-Einspeisung optimiert werden kann, um innerhalb kürzester Zeit homogene Reaktionsbedingungen zu schaffen.

Folie 12: Charakterisierung der Flüssig-Feed-Einspeisung 2

Dazu wurde ein Sprayversuchsstand aufgebaut, der zur Einspeisung von Wasser in eine Riser-Strömung bei erhöhter Temperatur verwendet wird. Das Ziel besteht darin, die Feststoffkonzentrationsverteilung im Spray und der näheren Sprayumgebung über Computertomographie zu bestimmen und eine physikalische Modellierung der Flüssig-Feed-Einspeisung durchzuführen.

Folie 13: Zusammenfassung

Damit möchte ich die wichtigsten Punkte meines Vortrags zusammenfassen. Ich habe Ihnen gezeigt, dass die Feststoffverteilung aus der Sicht des Verfahrenstechnikers eine wichtige Größe für die Auswahl und den Betrieb eines Reaktors ist. Anhand von drei Beispielen habe ich verdeutlicht, dass die verfahrenstechnische Forschung von der Anwendung der Computertomographie profitiert und laufende Forschungsprogramme auf diesem Messverfahren aufbauen.

Folie 14: Danksagung

Aus diesem Grund möchte ich mich bei der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die finanzielle Unterstützung des Forschungsprojekts WI 972/20-1 bedanken und freue mich auf eine angeregte Diskussion.

Ermittlung der Feststoffkonzentration in Mehrphasenreaktoren mittels Röntgen-CT

S. Gehrke, K.-E. Wirth
Lehrstuhl für Feststoff- und
Grenzflächenverfahrenstechnik
Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg

DGZfP-Jahrestagung
Fürth, den 15. Mai 2007

S. Gehrke



- Motivation
- Reaktorkonzepte
- Messverfahren – eine Gegenüberstellung
- Feststoffverteilung in Riser- und Downer-Reaktoren
- Optimierung des Einlaufbereichs
- Kalibrierung eines Sondenmessverfahrens
- Charakterisierung der Flüssig-Feed-Einspeisung
- Zusammenfassung

S. Gehrke

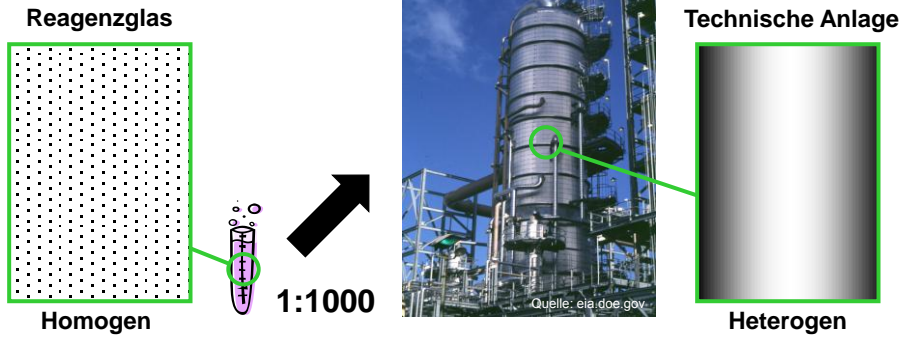


Gliederung



Chemie- und Verfahrenstechnik

„Prozessieren von Materialien und Chemikalien im technischen Maßstab“

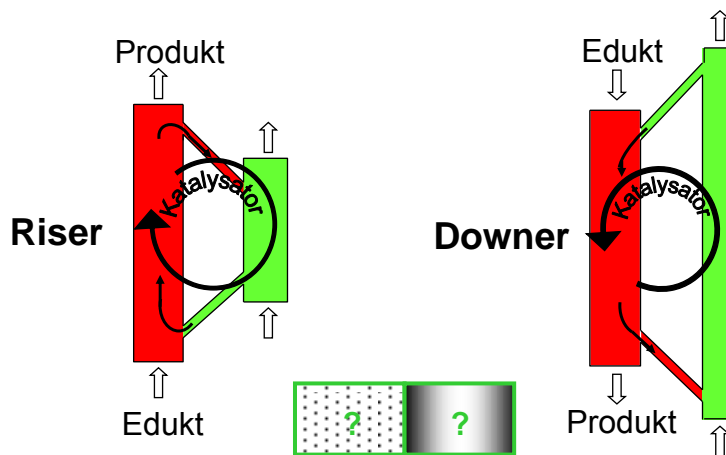


Motivation



Riser-Regenerator-Konzept

Downer-Regenerator-Konzept



Reaktorkonzepte



Röntgen-CT:

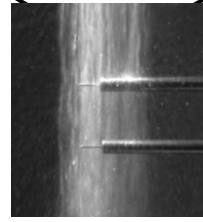
Auflösung:

+ örtlich hoch
- zeitlich gering
+ nicht-invasiv

Kapazitive Sonden:

Auflösung:

- örtlich gering
+ zeitlich hoch
- invasiv



S. Gehrke

Röntgen-CT und Kapazitive
Sondenmesstechnik 1



Röntgen-CT:

Auflösung:

+ örtlich hoch
- zeitlich gering
+ nicht-invasiv

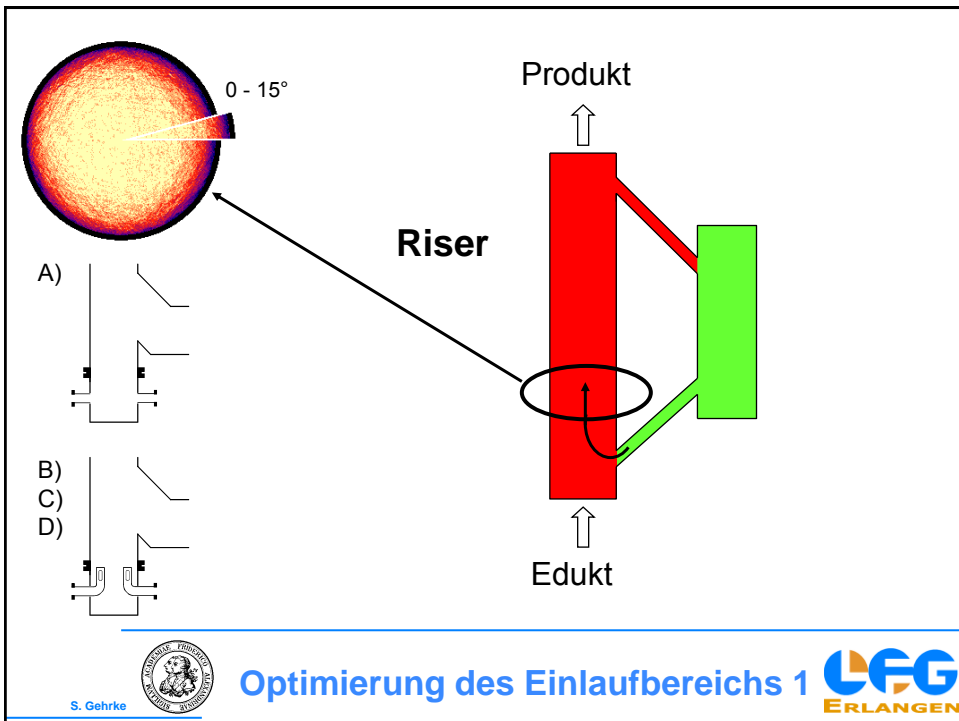
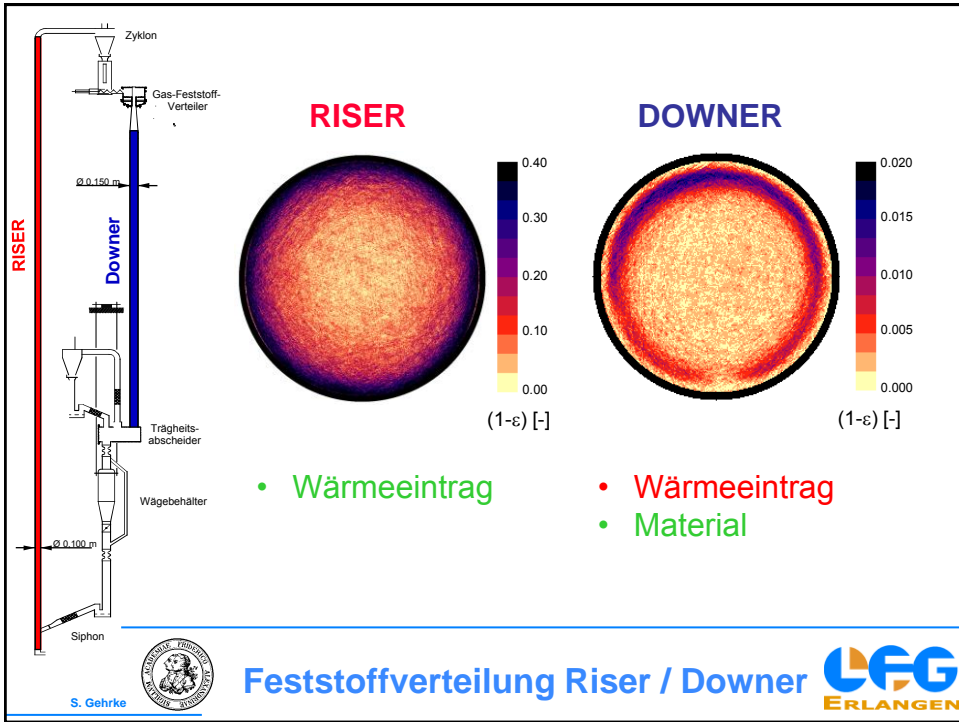
- Anzahl 2
- 60 kV bzw. 160 kV
- 8-bit Lineardetektor
- 1024 Elemente

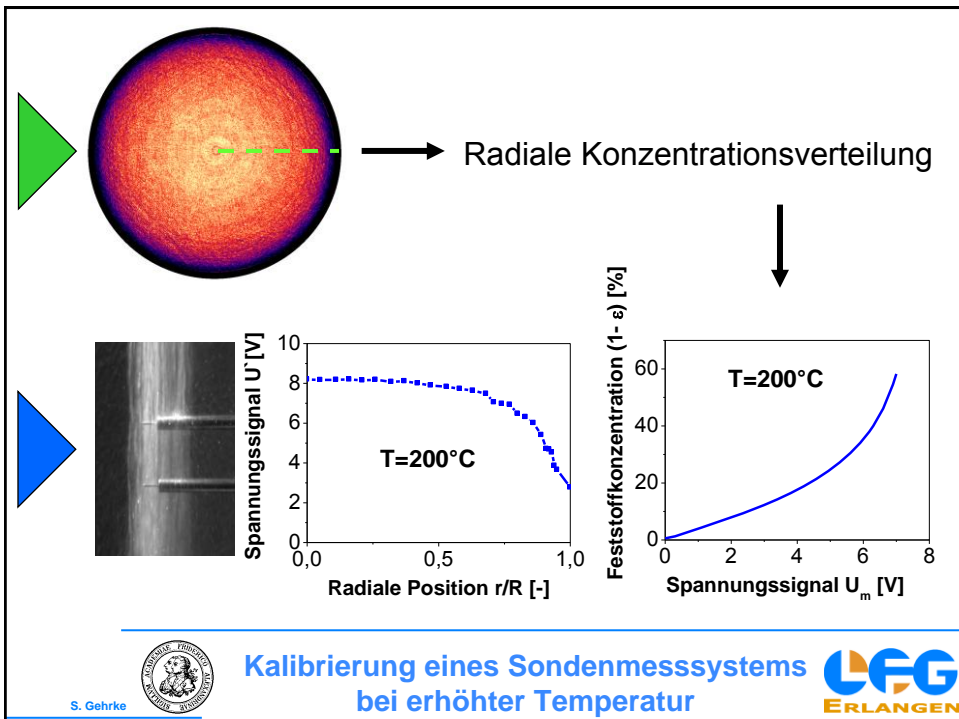
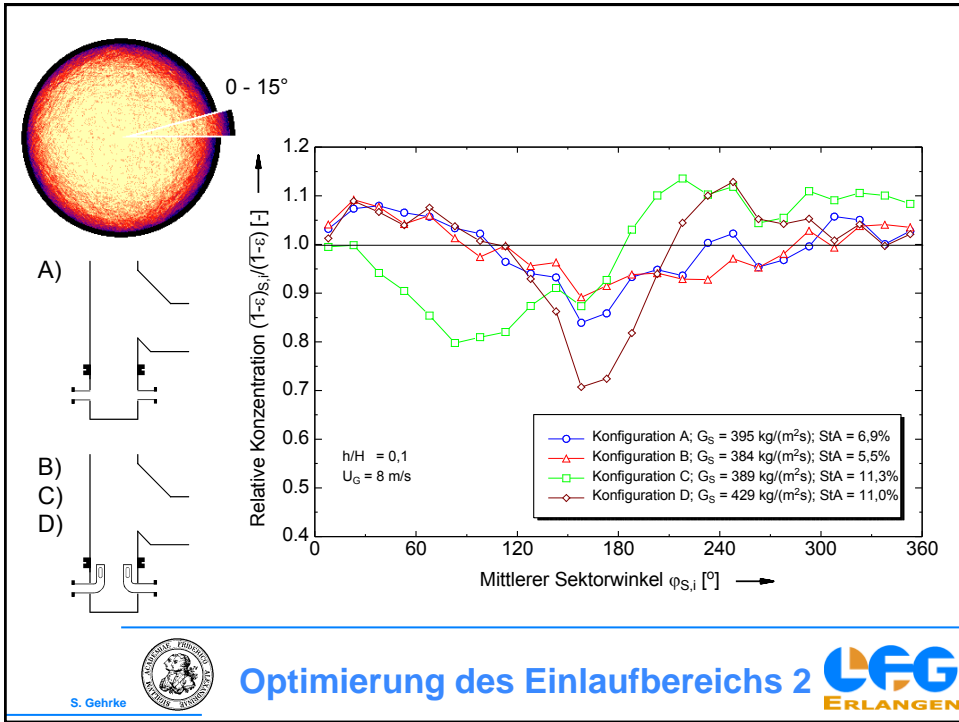


S. Gehrke

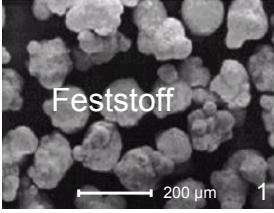
Röntgen-CT und Kapazitive
Sondenmesstechnik 2








Ziel: Homogene
Reaktions-
bedingungen




Quelle catalysis-ed.org

Flüssiges Edukt
+ Handling
+ Quenchen
– Phasenverteilung
– Temperaturverteilung




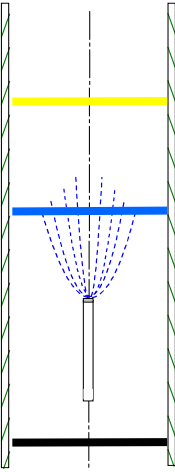
S. Gehrke


Charakterisierung der Flüssig-Feed-Einspeisung 1



Heterogen

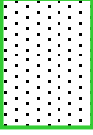







Quelle catalysis-ed.org

Homogen




Flüssiges Edukt
+ Handling
+ Quenchen
– Phasenverteilung
– Temperaturverteilung



S. Gehrke

Charakterisierung der Flüssig-Feed-Einspeisung 2



- Ziel: homogene Feststoffverteilung
- Optimierung - Einlaufbereich
- Kalibrierung - Sonden
- Charakterisierung – Flüssig-Feed-Einspeisung



S. Gehrke

Zusammenfassung



Deutsche
Forschungsgemeinschaft

DFG

WI 972/20-1



S. Gehrke

Danksagung

