

FLUIDDYNAMIK DER ZWEPHASENSTRÖMUNG IN EINER MINIPLANT-EXTRAKTIONSKOLONNE VOM TYP KÜHNI

FLUID DYNAMIC OF TWO-PHASE FLOW IN A MINIPLANT-EXTRACTION COLUMN OF TYPE KÜHNI

Mark W. Hlawitschka, Christian Drumm, Hans-Jörg Bart

Lehrstuhl für Thermische Verfahrenstechnik
Center of Mathematical and Computational Modelling
Technische Universität Kaiserslautern
Postfach 3049
67663 Kaiserslautern

PIV, Extraktionskolonne, Energiedissipation, CFD
PIV, extraction column, energy dissipation, CFD

Zusammenfassung

Das Strömungsprofil einer ein- und zweiphasig betriebenen Kühni-Extraktionskolonne wurde mit Hilfe der Particle Image Velocimetry (PIV) untersucht. Einphasige Messungen wurden mit reinem Wasser, sowie mit einer 30% (Gew-%) Calciumchlorid-Wasser Lösung durchgeführt. Zweiphasige Messungen wurden mit einem isooptischen System bestehend aus der verwendeten Calciumchloridlösung und Butylacetat durchgeführt. Die Messungen dienen zur Validierung des Strömungsprofils von CFD Simulationen. Neben der Hydrodynamik wird auch die turbulente Energiedissipation in der Kolonne bestimmt, mit deren Hilfe Aussagen über den Zerfall und die Koaleszenz von Tropfen gemacht werden können. Die Ergebnisse zeigen, dass ein- und zweiphasige Strömungsfelder in der Kolonne mit PIV gemessen werden können und auch turbulente Größen wie die Energiedissipation bestimmt werden können.

Einleitung

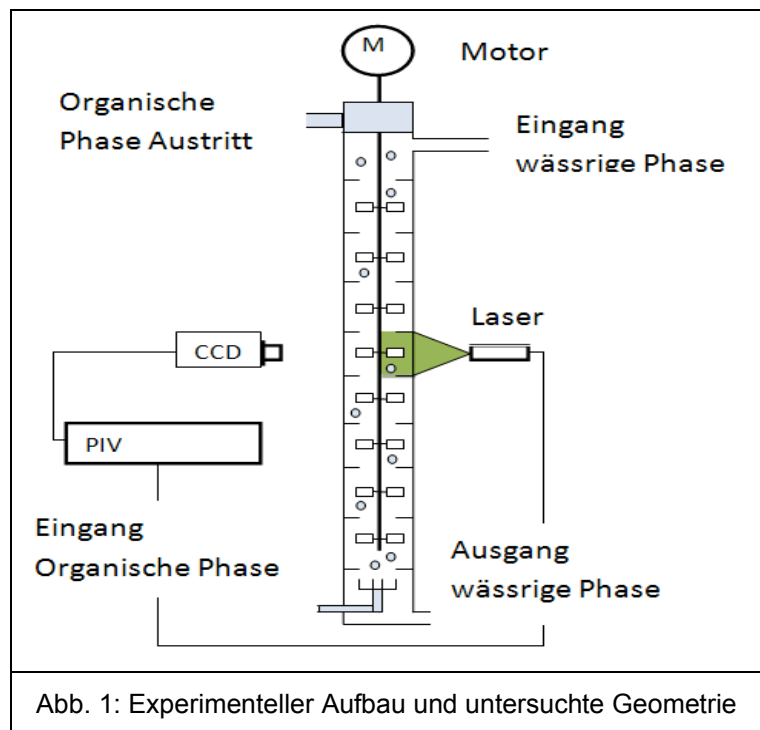
In der chemischen Industrie ist die flüssig-flüssig-Extraktion ein häufig verwendetes Trennverfahren. Die Simulation und Auslegung von Gegenstromextraktionskolonnen basiert zur Zeit hauptsächlich auf Herstellererfahrung, vereinfachten Modellen wie dem HTU-NTU Konzept oder dem Dispersionsmodell sowie auf Technikumsversuchen. Ein neuer Ansatz beruht auf der Teilsimulation von Kolonnen mit Computational Fluid Dynamics (CFD), die es u.a ermöglicht, experimentelle Untersuchungen zur Hydrodynamik und axialen Dispersion zu minimieren. Die Messmethode der Particle Image Velocimetry (PIV) ist hierbei ein häufig verwendetes Werkzeug zur Validierung der Strömungssimulationen. Erste PIV Messungen der Hydrodynamik in Kühni-Miniplant Kolonnen wurden von Kolb (2004) durchgeführt. Auswertungen der Energiedissipation bei einphasigem Betrieb in der genannten Kolonne stammen von Steinmetz (2007). Im Vergleich zu den in der Vergangenheit häufig verwendeten Laser-Doppler-Methoden, die die Geschwindigkeit der Strömung an einer Stelle im Extraktionskompartiment messtechnisch erfassen, liefert die PIV Messtechnik das Strömungsbild im gesamten Kompartiment. Entstehende Wirbel können somit schnell sichtbar gemacht werden. Neben den mittleren Geschwindigkeiten können mit der PIV Methode auch die turbulen-

ten Parameter bestimmt werden (siehe Baldi et al 2004). Die lokale turbulente Energiedissipation gibt u.a. Aufschluss über die Zerfalls- sowie Koaleszenzprozesse und dient in der Literatur häufig als Kerngröße zur Beschreibung dieser Prozesse.

Dieser Beitrag umfasst die ein- und zweiphasige 2D PIV Messung, um eigene ein- und zweiphasige CFD Simulationen zu validieren. Für die einphasige Simulationen wurde Wasser sowie eine Calciumchlorid-Wasser Lösung. Die zweiphasigen Messungen sind mit Hilfe eines isooptischen Gemischs, bestehend aus der $\text{CaCl}_2\text{-H}_2\text{O}$ Lösung als kontinuierliche und Butylacetat als disperse organische Phase, möglich.

Ein- und zweiphasige PIV Messungen

Ein PIV System der Fa. ILA (Intelligent Laser Applications GmbH) wurde zur Durchführung der Messungen verwendet. Die Messungen wurden in einem Kompartiment einer Miniplant-Extraktionskolonne durchgeführt, deren Gesamthöhe 0,5 m beträgt. Die Kolonne hat einen Kolonnen-durchmesser von $d=32$ mm und eine Kompartimenthöhe von 28 mm. Der freie Querschnitt beträgt 40%. Die Kolonne kann ein- und zweiphasig betrieben werden, wobei die wässrige Phase am Kopf und die organische Phase als Tropfen am Boden zugeführt werden. Der experimentelle Aufbau ist in Abb. 1. Dargestellt. Die Kolonne wurde bei verschiedenen Belastungen für die wässrige (0-



16 l/h) und organische Phase (0-8 l/h)) betrieben. Die Rührerumdrehung wurde zwischen 0 und 300 Umdrehungen pro Minute variiert. Die einphasigen Messungen mit Wasser wurden von Kolb (2004) durchgeführt. Weitere eigene einphasige Messungen wurden mit CaCl_2 -Wasser Lösung (30 Gew-%) durchgeführt. Im zweiphasigen Betrieb wurde ein Stoffsystem bestehend aus der Calciumchloridlösung und Butylacetat verwendet. Hohlglaskugeln der Firma Dantec mit einem Durchmesser von $10 \mu\text{m}$ dienen als Tracer.

Auswertung der PIV Messungen

Die Auswertung der aufgenommenen Bildpaare erfolgt mit Hilfe der Kreuzkorrelation und bei einer 50%-igen Überlappung der Auswertefenster. Globale sowie lokale Ausreißer werden ausgefiltert und durch Interpolation der angrenzenden Vektoren ersetzt. Durch zeitliche Mittelung der einzelnen PIV Aufnahmen wird ein stationäres Strömungsbild generiert.

Zur Bestimmung der turbulenten Energiedissipation stehen verschiedene Korrelationen zur Verfügung, die meist auf der Annahme lokaler isotroper Turbulenz aufbauen. Eine Übersicht über die am Häufigsten verwendeten Approximationen wird bei Baldi et al (2004) angegeben.

In dieser Arbeit wird der Ausdruck von Kresta et al (1991,2003), bei dem die Energiedissipation mit Hilfe des quadratischen Mittelwerts der turbulenten Schwankungsgeschwindigkeit u' , einer für den Rührer charakteristischen Größe A, und einem Längenmaß L bestimmt wird. Bei Verwendung eines Rushton-Rührers liegt A zwischen 5 und 6. Für das charakteristische Längenmaß L wird der Rührerdurchmesser angesetzt.

$$\varepsilon = A \frac{u'^3}{L} \quad (1)$$

Dieser Ansatz wurde für die Miniplant-Extraktionskolonne übernommen.

Die zeitlich gemittelte lokale turbulente Energiedissipation kann zudem direkt über die Gradientenmethode der turbulenten Schwankungsgeschwindigkeit bestimmt werden (siehe Baldi et al, 2002, Sharp, 2001).

$$\varepsilon = \nu \left[2 \overline{\left(\frac{\partial u'_r}{\partial r} \right)^2} + 2 \overline{\left(\frac{\partial u'_z}{\partial z} \right)^2} + 3 \overline{\left(\frac{\partial u'_r}{\partial z} \right)^2} + 3 \overline{\left(\frac{\partial u'_z}{\partial r} \right)^2} + 2 \frac{\partial u'_r}{\partial z} \frac{\partial u'_z}{\partial r} \right] \quad (2)$$

Die Geschwindigkeit zum Zeitpunkt t setzt sich aus einer zeitlich mittleren Geschwindigkeit u und einem turbulenten Anteil u' zusammen. Aus diesem Zusammenhang erhält man für die turbulente Schwankungsgeschwindigkeit u' durch Umformung:

$$u' = u - \bar{u} \quad (3)$$

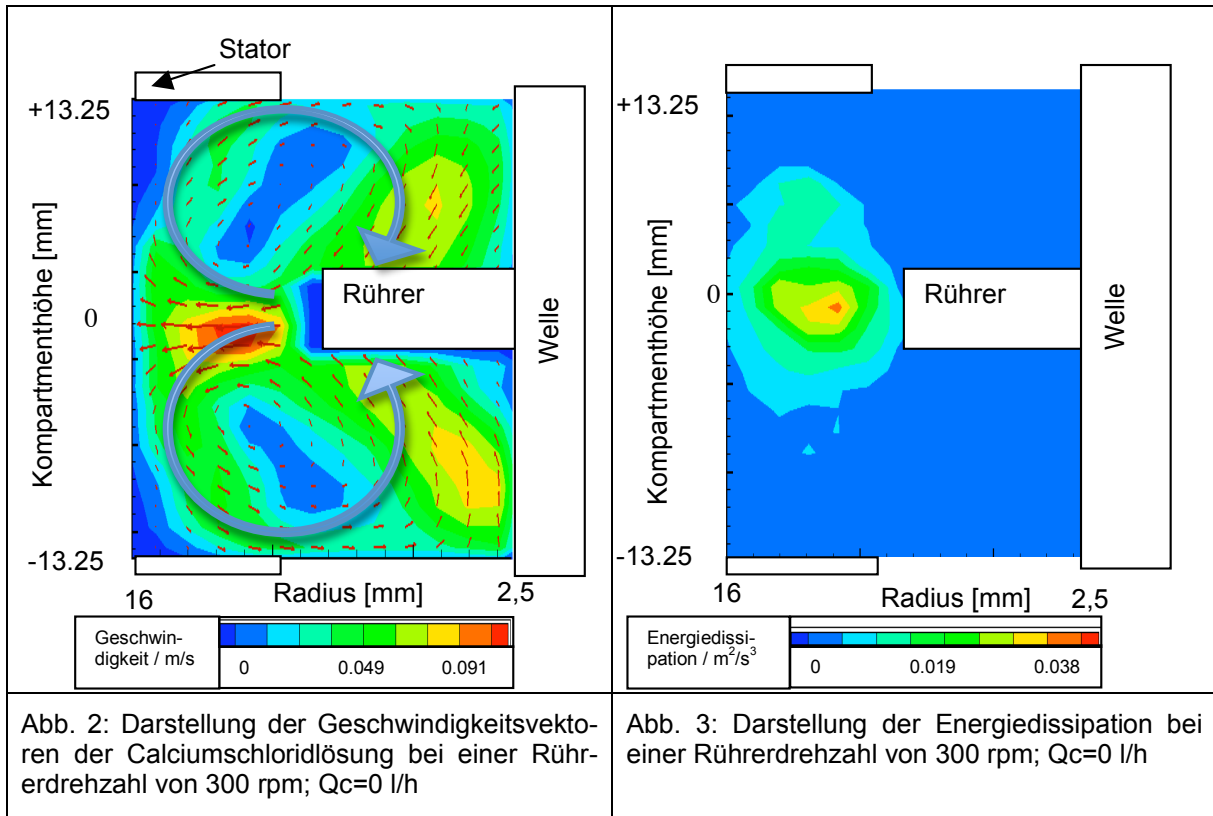
Nach Baldi et al (2002) hängt die über die Gradientenmethode ermittelte turbulente Energiedissipation von der Auflösung bzw. der Größe der Auswertefenster ab. Um auch kleinste Skalen auflösen zu können, ist eine Auflösung im Bereich Kolmogorov Längenskala notwendig.

$$\eta = \left(\frac{\nu^3}{\varepsilon} \right)^{0,25} \quad (4)$$

Diese hängt von der turbulenten Energiedissipation ε und der kinematischen Viskosität ν ab. Aus diesem Grund wurde die Energiedissipation nach Kreuzkorrelationen mit 64x64, 32x32 und 16x16 Pixeln mit jeweils 50%-igen Überlappung bestimmt, um diesen Einfluss zu untersuchen.

Ergebnisse der PIV Messungen bei einphasigem Betrieb

Im einphasigen Betrieb bilden sich zwei Wirbel, jeweils zwischen Rührer und Stator, aus. Dies ist bei einer einphasigen Betriebsweise mit der Calciumchloridlösung in Abb. 2 dargestellt. Die maximale Geschwindigkeit wird im Bereich der Rührerspitzen erreicht und liegt bei einer Rührerdrehzahl von 300 rpm bei 0,091 m/s. In der Wirbelmitte geht die radiale Geschwindigkeit gegen Null und es bildet sich eine Totzone aus. Die lokale gemittelte turbulente Energiedissipation ist für diesen Betriebspunkt in Abb. 3 nach der Gradientenmethode aus 50 Doppelbildern bestimmt worden. Die Kreuzkorrelation wurde mit einer Auflösung von 64x64 Pixel bei einer 50%-igen Überlappung durchgeführt. Mit einem Wert von 0,038 m/s² ist die Energiedissipation im Bereich der Rührerspitzen am höchsten und nimmt in radialer Richtung zur Kolonnenwand hin ab. Im übrigen Kompartiment liegt die gemittelte lokale turbulente Energiedissipation unter einem Wert von 0,005 m/s².



Die Auflösungsabhängigkeit der Kreuzkorrelation auf die ermittelte Energiedissipation ist in Abb. 4 nach der analytischen Lösung nach Kresta et al (1991,2003) mit einem Faktor von $A=6$ und in Abb. 5 durch direkte Berechnung der Energiedissipation nach der Gradientenmethode dargestellt. Hierzu wurden einphasige Messungen mit destilliertem Wasser bei einer Rührerdrehzahl von 300 rpm bei variiert Auflösung der Kreuzkorrelation ausgewertet und die maximale Energiedissipation an der Rührerspitze aufgetragen. Durch die Überlappung ergibt sich aus einer Kreuzkorrelation mit 64 Pixel eine räumliche Auflösung von 32x32 Pixel, welche einer Auflösung von 0,96x0,96 mm entspricht. Eine Kreuzkorrelation von 32x32 Pixel entspricht somit einer Auflösung von 16x16 Pixel (=0,48x0,48 mm).

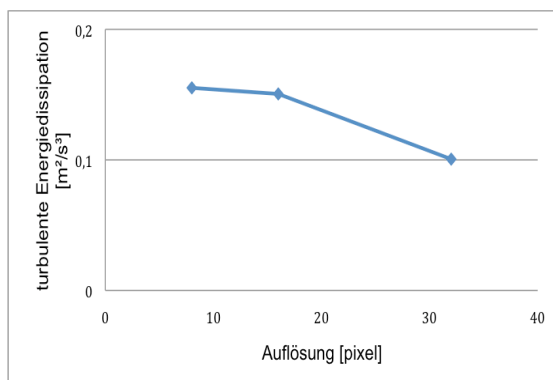


Abb. 4: Abhängigkeit der analytischen Lösung der Energiedissipation von der Auflösung

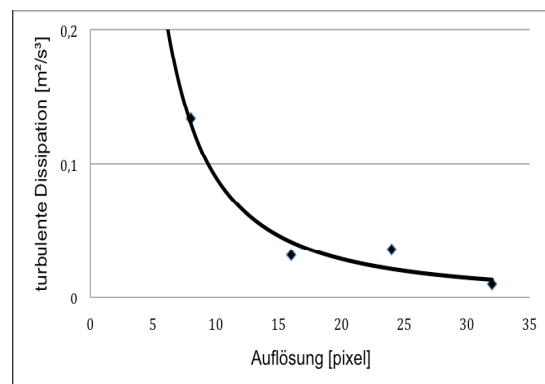


Abb. 5: Abhängigkeit der gemittelten lokalen turbulenten Energiedissipation von der Auflösung

Nach der analytischen Lösung ergibt sich für die gemittelte lokale turbulente Energiedissipation bei einer Auflösung von 8x8 Pixel und 16x16 Pixel einen Wert von $0,15 m^2/s^3$. Erst bei weiterer Reduzierung der Auflösung auf 32x32 Pixel sinkt die ermittelte Energiedissipation

auf 0,1 ab. Bei einer zu großen Auflösung werden die Geschwindigkeiten über einen zu großen Bereich gemittelt und dadurch sinkt lokal die Geschwindigkeit. Aus einem direkten Vergleich der analytischen Approximation mit der Gradientenmethode ergibt sich für eine räumliche Auflösung von 1,92 mm (=32 Pixel) eine Energiedissipation von 50% der analytischen Lösung bei einer Auflösung von 0,96 mm (=16 Pixel) erhält man 66% der analytischen Lösung und bei einer Auflösung von 0,48 mm (=8 Pixel) erhält man einen Wert von 97 % der analytischen Lösung. Saareninne et al (2001) stellen einen Zusammenhang zwischen der Kolmogorov Längenskala η und der ermittelten Energiedissipation her. Mit einer Auflösung von 2η können 90% der tatsächlichen Energiedissipation und mit einer Auflösung von 9η können 65% der tatsächlichen Energiedissipation über PIV Messungen erreicht werden. Aus der analytischen Lösung ergibt sich eine theoretische Kolmogorov Längenskala von 0,52 mm. Bei einem Auswertefenster von 16x16 Pixel (8x8 Pixel Auflösung) erreicht man damit den Bereich der Kolmogorov Längenskala. Die Ergebnisse aus der Gradientenmethode können die kleinsten Skalen auflösen und mehr als 90% der tatsächlichen Energiedissipation wiedergeben. Damit können auch die Ergebnisse der analytischen Approximation bestätigt werden. Diese ist in der Lage die Energiedissipation richtig vorherzusagen.

Die analytische Methode ist im Gegensatz zur direkten Berechnung der Energiedissipation unanfälliger, da hier die quadratisch gemittelten turbulenten Schwankungsgeschwindigkeiten eingehen und keine Gradienten der momentanen turbulenten Schwankungsgeschwindigkeit. Die direkte Berechnung zeigt hingegen eine starke Abhängigkeit von der partiellen Auflösung.

Die PIV Messungen dienen zur Validierung der CFD Simulationen. Daher wurde in Abb. 6 die lokale turbulente Energiedissipation als Schnitt durch das Kompartiment bei variiert Auflösung der PIV Messung und als Ergebnis einer CFD Simulation unter Verwendung des Standard-k- ϵ Modells aufgetragen. Der maximale Wert der CFD Simulation liegt bei 0,066 m^2/s^3 gibt damit 50% der zu ermittelten Energiedissipation wieder.

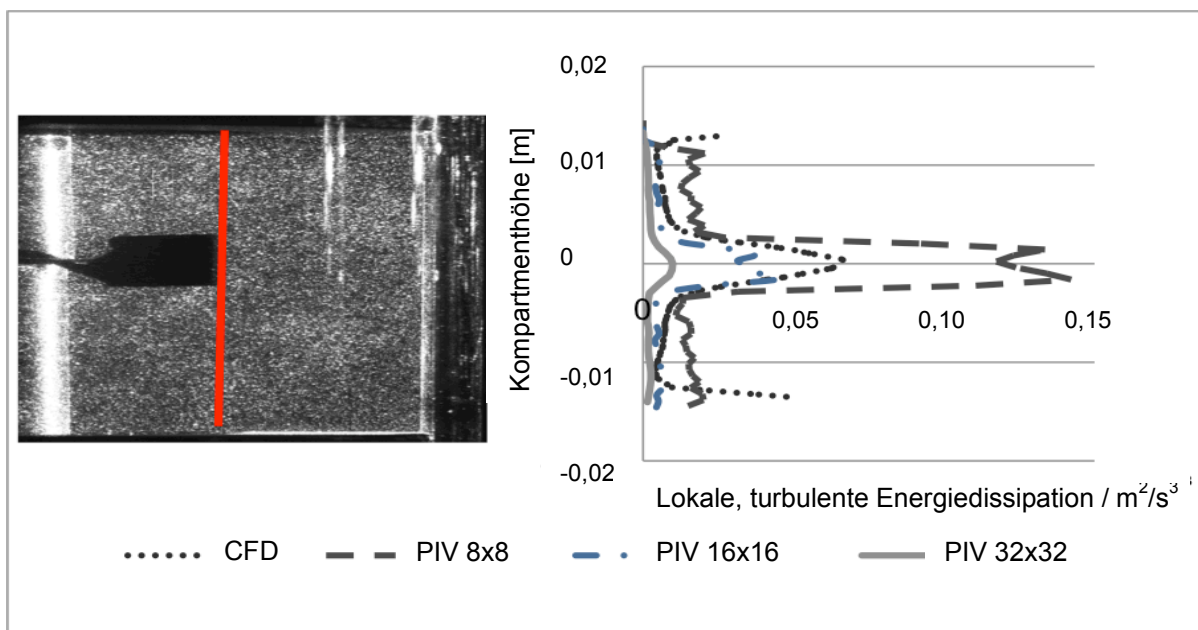
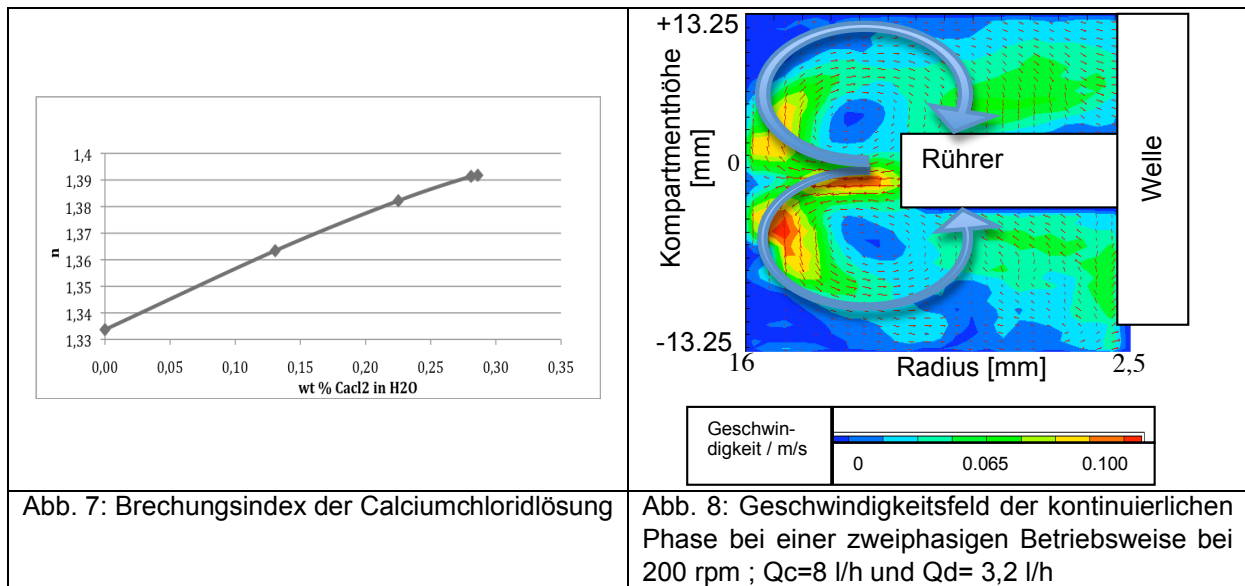


Abb. 6: Abhängigkeit der Energiedissipation von der Auflösung bei einer Rührerdrehzahl von 300 rpm und stehender kontinuierlicher Phase; $Q_c=0$ l/h

Ergebnisse der PIV Messungen bei zweiphasigem Betrieb

Erste Messungen bei zweiphasiger Betriebsweise wurden durchgeführt. In einem ersten Schritt wurde der Brechungsindex mittels Refraktometer von Butylacetat (98% Reinheit) und gelöstem Calciumchlorid in Wasser bei Umgebungstemperatur bestimmt. Der annähernd lineare Zusammenhang zwischen Brechungsindex und Calciumchloridkonzentration in Wasser ist in Abb. 7 dargestellt. Die Messungen ergaben ein isooptisches System bei einer Calciumchloridkonzentration von ca. 30-ma% in destilliertem Wasser gelöst. In Abb. 8 ist das Geschwindigkeitsfeld bei einem zweiphasigen Betrieb bei einer Calciumchloridbelastung von $10 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$ (=8 l/h) und einer Butylacetatbelastung von $4 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$ (=3,2 l/h) gezeigt. Es bilden sich, wie bei der einphasigen Betriebsweise zwei Wirbel aus. Aufgrund der hohen radialen Strömungskräfte der Rührerblätter kommt es zu keiner axialen Verschiebung der Wirbel aufgrund der aufsteigenden Butylacetattropfen. Das Butylacetat kann für weitere Messungen mit Rodamin 6G eingefärbt werden, um die beiden Phasen besser voneinander zu diskretisieren, wobei eine leichte Färbung der wässrigen Phase unvermeidbar ist.



Zusammenfassung

Ein- und zweiphasige Messungen wurden in einer Kühni-Miniplant Extraktionskolonne unter verschiedenen Betriebsbedingungen mit der PIV Technik durchgeführt. Zweiphasige Messungen wurden durch den Einsatz eines isooptischen Stoffsystems, bestehend aus einer 30ma-% Calciumchlorid-Wasserlösung und Butylacetat, möglich. Die Messungen ermöglichen die Validierung von CFD Simulationen durch Sichtbarmachung der Strömung in der Extraktionskolonne. Aus den Hydrodynamikmessungen geht hervor, dass sich zwei Wirbel in einer Kompartimenthälfte ausbilden. Diese werden aufgrund der hohen radialen Kräfte der Blattrührer nur gering axial verschoben. Die höchste Geschwindigkeit ist in radialer Richtung im Bereich der Rührerblattspitzen zu beobachten.

Neben der Bestimmung der Hydrodynamik wurde mit PIV die gemittelte lokale turbulente Energiedissipation ermittelt. Es zeigte sich eine Abhängigkeit der Energiedissipation von der Auflösung. Je nach Wahl der Auswertemethode wirkt sich die Auflösung stärker auf das Ergebnis aus.

Die PIV-Technik ist daher ein wichtiges Instrument zur Validierung von CFD Simulationen gerührter Extraktionskolonnen komplexerer Geometrie. Mit PIV kann zudem die lokale Ener-

gedissipation bei ausreichender Auflösung wiedergegeben werden. Zudem kann die Energiedissipation anhand der vorgestellten Approximation auch bei niedrigerer Auflösung gut vorhergesagt werden.

Dankesworte

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft DFG für die finanzielle Unterstützung.

Symbole

A	[-]	charakteristisches Maß für die Rührerform
L	[m]	charakteristisches Längenmaß
u	[m/s]	momentane, instationäre Geschwindigkeit
\bar{u}	[m/s]	zeitlich gemittelte, stationäre Geschwindigkeit
u'	[m/s]	turbulente Schwankungsgeschwindigkeit
u'_r, u'_z	[m/s]	axiale und radiale turbulente Schwankungsgeschwindigkeit
ε	[m ² /s ³]	turbulente Energiedissipation
ν	[m ² /s]	kinematische Viskosität
Qc	[l/h]	Volumenstrom kontinuierliche Phase
Qd	[l/h]	Volumenstrom disperse Phase
r	[m]	radiale Koordinate
z	[m]	axiale Koordinate

Literatur

- Baldi, S., Hann, D., Yianneskis, M., 2002: "On the Measurement of Turbulence Energy Dissipation in Stirred Vessels with PIV Techniques", Proceedings of the 11th International Symposium on Applied Laser Techniques in Fluid Mechanics, Lissabon
- Baldi, S., Ducci, A., Yianneskis, M., 2004: "Determination of Dissipation Rate in Stirred Vessels through Direct Measurement of Fluctuating Velocity Gradients", Chem. Eng. Technol., Vol. 27, No. 3, p. 275-281
- Kolb, Peter, 2004: „Hydrodynamik und Stoffaustausch in einem gerührten Miniplantextraktor der Bauart Kühni“, Dissertation; TU Kaiserslautern
- Kresta, S., Wood, P. (1991): „Prediction of the Three Dimensional Turbulent Flow in Stirred Tanks“, AIChE Journal, Vol. 37, p. 448-460
- Kresta, S., Wood, P. (1993): „The Flow Field Produced by a Pitched Blade Turbine: Characterization of the turbulence and estimation of the dissipation rate“, Chemical Engineering Science, Vol. 48, pp. 1761-1774
- Saarenrinne, P., Piirto, M., Eloranta, H., 2001: "Turbulent kinetic energy dissipation rate estimation from PIV velocity vector fields", Experiments in Fluids, Suppl., pp. 300-307
- Steinmetz, Tillmann, 2007: „Tropfenpopulationsbilanzgestütztes Auslegungsverfahren zur Skalierung einer gerührten Miniplant-Extraktionskolonne“, Fortschr.-Ber. VDI Reihe 3 Nr. 885, Düsseldorf
- Steinmetz, T., Schmidt, S., Bart, H.-J., 2005: "Modellierung gerührter Extraktionskolonnen mit dem Tropfenpopulationsbilanzmodell", Chem. Ing. Tech., Vol. 77, pp. 723-734