

Beanspruchung von Partikeln und Fluidelementen beim Rühren

Stefan Wollny*, Reinhard Sperling, Matthias Kraume, Joachim Ritter

Dipl.-Ing. (FH) St. Wollny (stefan.wollny@bwp.hs-anhalt.de), **Prof. Dr.-Ing. R. Sperling**, Hochschule Anhalt (FH), Fachbereich 7, Bernburger Straße 55, 06366 Köthen;
Prof. Dr.-Ing. M. Kraume, TU Berlin, Sekr. MA 5-7, Straße des 17. Juni 135, 10623 Berlin,
Dr.-Ing. J. Ritter, Bayer Technology Services GmbH, Geb. E41, 51368 Leverkusen

Abstract

In Fermentationsanlagen können tierische Zellen durch mechanische Beanspruchungen irreversibel geschädigt werden, wodurch die Produktivität sowie die Produktreinheit sinkt. Da solche Fermentationsprozesse häufig in Rührreaktoren bewerkstelligt werden, sind numerische und experimentelle Untersuchungen zur Klärung der physikalischen Effekte für die Prozessgestaltung/ -optimierung von Nutzen.

Schlagwörter: Dispergieren, Rührreaktor, Partikel, Beanspruchung

1 Problemstellung

Bislang herrschte die Meinung vor, dass es beim Rühren in erster Linie darauf ankommt viel Leistung einzutragen, um den angestrebten Verteilungs- und Mischprozess möglichst schnell bewerkstelligen zu können. Bei vielen Prozessen ist das auch heute noch der Fall. Es gibt aber auch einen gegenläufigen Trend, hier geht es darum, eine Rühraufgabe mit möglichst geringem Leistungseintrag zu bewältigen. Genannt seien biotechnologische und pharmatechnische Prozesse, in denen tierische Zellkulturen z. B. zur Produktion von Biopharmazeutika eingesetzt werden. Hierbei sind die Reaktoren so zu konzipieren, dass einerseits die Beanspruchung der tierischen Zellen und andererseits die Gradienten, wie die der Temperatur, des pH-Werts und der Gelöstkonzentrationen, minimiert werden. Es muss dafür Sorge getragen werden, dass an keiner Stelle des Reaktors die Partikelbeanspruchung einen bestimmten Wert überschreitet. Daher sind Rührrüstungen zu benutzen, die mit geringstem Leistungseintrag den Mischprozess garantieren.

Der erste Schritt zur Lösung dieser Aufgabe besteht in der Analyse der auftretenden Beanspruchungen. Durch Rührer werden Normal- und Scherspannungen produziert. Erstere entstehen bei Stauch- und Dehnungssituationen, d.h. Verzögerungs- und Beschleunigungsvorgängen, letztere durch Geschwindigkeitsgradienten normal zur „Hauptströmungsrichtung“. Es muss also zunächst ermittelt werden, welche der genannten Beanspruchungsarten für die einzelnen Rührer die Wesentlichen sind. Literaturstudien machten deutlich, dass die Beanspruchung durch axialfördernde Rührer in der Vergangenheit unterschätzt worden sind [1-4]. Vergleichspartikel (Flocken oder Tropfen), die durch diesen Rührertyp bei längerem Rühren erzeugt wurden, waren bei gleichem Leistungseintrag kleiner als bei radialfördernden Rührern, die bekannterweise hohe lokale Energieeinträge aufweisen [5]. Da die Partikelgröße ein Maß für die Beanspruchung ist, muss die lokale Beanspruchung durch axialfördernde Rührer größer sein. Theoretisch liefert die numerische Fluidynamik (CFD) Informationen, die zur Klärung dieser Unterschiede beitragen. Zur Validierung der CFD-Simulationen sind jedoch experimentelle Resultate zur Partikelbeanspruchung unabdingbar.

2 Messprinzip und Versuchsaufbau

Folgende Rührorgane sind im Hinblick auf die Tropfenbeanspruchung untersucht worden (s. Tab. 1).

Tabelle 1: Rührerabmessungen

| Rührertyp | d/D | h _R /d | b _R /d | h _{RM} /d | t _R /d | Ne |
|-------------------------|-------|-------------------|-------------------|--------------------|-------------------|------|
| 6 Blatt-Scheibenrührer | 0,485 | 0,2 | 0,25 | 0,34 | 0,03 | 4,05 |
| 3x24° Schrägblattrührer | 0,485 | 0,2 | 0,38 | 0,40 | 0,03 | 0,26 |

Der Schrägblattrührer ist ein typischer Axialrührer während der Scheibenrührer zu den Radialrührern zählt. In einem bewehrten Rührbehälter mit Klöpferboden (DN200, H/D = 1) wurde Öl (1,0 Ma%) definiert auf die Oberfläche einer tensidhaltigen, wässrigen Lösung ($c_{\text{Triton X-100}} = 10 \times c_{\text{CMC}}$) gegeben und für mehrere Stunden dispergiert. Die zeitliche Änderung der Tropfengröße bei verschiedenen Betriebsbedingungen (Rührerart, -drehfrequenz) ist durch eine Focused Beam Reflectance Measurement Sonde (nachfolgend FBRM[®]) der Fa. Mettler-Toledo aufgezeichnet worden. Mit der FBRM[®]-Sonde können mehrere Tausend Partikel pro Sekunde direkt in der Fluidströmung vermessen werden, wodurch Messfehler, die durch die Probennahme und -vorbereitung bei externen Messungen nicht vermieden werden können, ausgeschlossen sind. An dieser Stelle sei angemerkt, dass die somit gemessenen Größenverteilungen nicht mit Partikelgrößenverteilungen, welche den Durchmesser als Längenmaß bestimmen, gleichgesetzt werden können. Vielmehr zeichnet sich die FBRM[®]-Sonde durch das Erfassen von Partikelgrößenänderungen aus.

Aus nachstehenden Gründen sind die Untersuchungen nicht mit dem mehrfach zitierten Flockensystem [1-3, 8, 9] durchgeführt worden. Ein ausreichendes Suspendieren der Flocken ist aufgrund der Dichte limitiert, wodurch die Bestimmung des Vergleichsflockendurchmessers [8] bei äußerst geringen Leistungseinträgen mit Rührern, die schlechte Suspendiereigenschaften aufweisen (Radialrührer), schwer zu realisieren ist. Die Dichte des verwendeten Öls ist mit $\rho_{20^\circ\text{C}} = 989 \text{ kg/m}^3$ nur geringfügig niedriger als die der wässrigen Tensidlösung, was zur Folge hat, dass Analysen der Partikelbeanspruchung in gerührten Behältern bei spezifischen Leistungseinträgen von $P/m < 0,02 \text{ W/kg}$ durchaus möglich sind. Des Weiteren reagieren Sehnenlängenverteilungen, wie sie mit der FBRM[®]-Sonde gemessen werden, überaus sensibel auf die Form der Partikel [10]. Tropfen sind in der Regel kugelförmig und entsprechen eher der Morphologie tierischer Zellen. Dagegen nehmen Flocken keine eindeutigen Formen an. Eine ausführliche Beschreibung der FBRM[®]-Messtechnik sowie weitere Angaben zum Modellstoffsystem sind der Literatur zu entnehmen [6, 7].

3 Ergebnisse

Darstellung der Dispergiereigenschaften

Bei den Rührversuchen stellte sich trotz der äußerst geringen Leistungseinträge innerhalb von 2 h eine annähernd konstante Tropfengrößenverteilung ein (s. Abb. 1) [7].

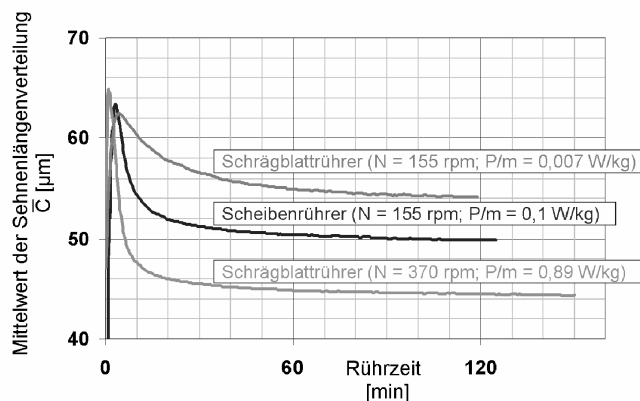


Abbildung 1: Mittelwert der Sehnenlängenverteilung der Öl-in-Wasser-Emulsion als Funktion der Rührzeit ($d/D = 0,485$; $D = 200$ mm; $H/D = 1$; 4 Stromstörer)

Deshalb werden im Folgenden die Mittelwerte der Sehnenlängenverteilung, welche wie folgt berechnet werden:

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=a}^b y_i M_i}{\sum_{i=a}^b y_i} \quad \text{Gleichung (1)}$$

nach dieser Zeit verglichen. Die Rührerumfangsgeschwindigkeit w_{Tip} steht im direkten Zusammenhang mit der Scherbeanspruchung dispergierter Partikel [5, 11]. Dies wird auch durch die Abnahme der gemessenen Tropfengrößen mit zunehmendem w_{Tip} deutlich (s. Abb. 2). Der Radialrührer produziert bei $w_{\text{Tip}} = \text{const.}$ signifikant kleinere Tropfen, woraus geschlussfolgert werden kann, dass die Partikelbeanspruchung in Rührerströmungen nicht allein durch die Rührerumfangsgeschwindigkeit dominiert wird. Diesbezüglich sind auch die Resultate von BIEDERMANN nachvollzogen worden, wodurch die obige Aussage bestätigt werden konnte [8].

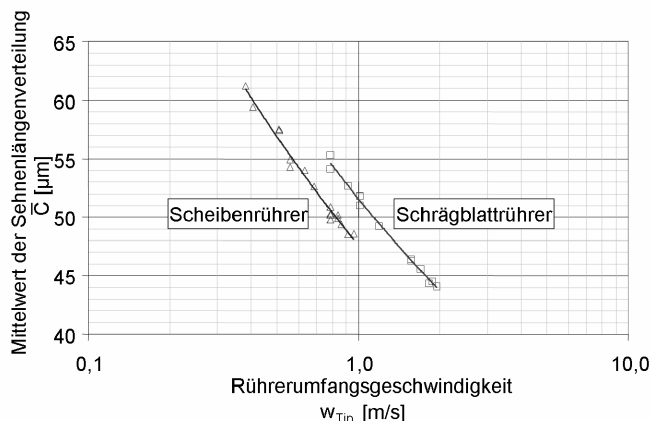


Abbildung 2: Mittelwert der Sehnenlängenverteilung der Öl-in-Wasser-Emulsion nach 2 h Rührzeit als Funktion der Rührerumfangsgeschwindigkeit ($d/D = 0,485$; $D = 200$ mm; $H/D = 1$; 4 Stromstörer)

Der Scheibenrührer besitzt eine größer NEWTONzahl als der Axialrührer und kann deshalb bei $w_{Tip} = const.$ mehr Leistung in den Rührbehälter eintragen. Hieraus lässt sich eine Betrachtung der eingetragenen spezifischen Rührerleistung P/m für die Beurteilung der Partikelbeanspruchung ableiten. Die Abb. 3 zeigt, dass mit steigendem Leistungseintrag der Mittelwert abnimmt und dass bei $P/m = const.$ der Schrägblattrührer beanspruchungsintensiver ist.

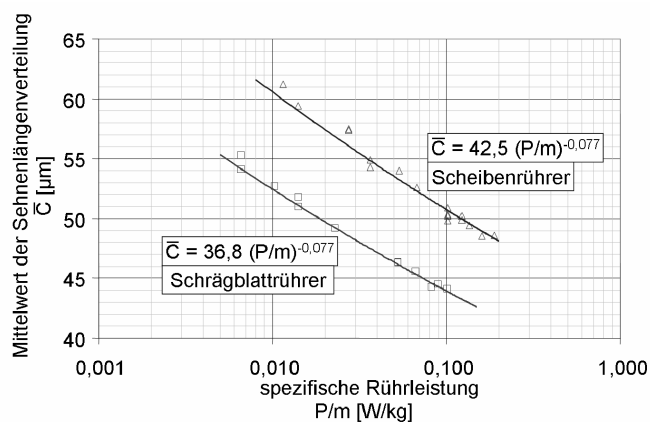


Abbildung 3: Mittelwert der Sehnenlängenverteilung der Öl-in-Wasser-Emulsion nach 2 h Rührzeit als Funktion der spezifischen Rührerleistung ($d/D = 0,485$; $D = 200$ mm; $H/D = 1$; 4 Stromstörer)

Anhand dieser Resultate kann das Fazit gezogen werden, dass mit dem Scheibenrührer im Vergleich zu dem Schrägblattrührer bei gleicher Beanspruchung der Partikel das Vielfache an Leistung in den Rührbehälter eingetragen werden kann (6 fache in Abb. 3; 10 fache in [8]).

Korrelationsmöglichkeiten

Das Ziel solcher Untersuchungen ist die Ableitung von Gleichungen, mit derer die Partikelbeanspruchung beurteilt werden kann. HENZLER konnte unter der Verwendung eines Korrekturfaktors:

$$F = \left(\frac{d}{D}\right)^2 \cdot \left(\frac{h}{d}\right)^{\frac{2}{3}} \cdot z^{0,6} \cdot (\sin \alpha)^{1,15} \cdot z_R^{\frac{2}{3}} \quad \text{Gleichung (2)}$$

seine Messwerte mit einer Abschätzung der Form:

$$d_{FV} [\mu m] \approx 63 \cdot \left(\frac{1}{F} \cdot \frac{P}{m}\right)^{-\frac{1}{3}} \quad \text{Gleichung (3)}$$

weitestgehend zusammenfassen [1]. Die Anwendung des Korrekturfaktors F aus Gleichung (2) für die hier vorgestellten Messergebnisse hat, im Gegensatz zu den Ausführungen von WILLE [4], eine gute Korrelation der Messdaten zur Folge (s. Abb. 4). Da in Abb. 4 der Mittelwert der Sehnenlängenverteilung der Tropfen, statt der Mittelwert der Durchmesserverteilung der Tropfen, dargestellt ist, ist eine Abweichung des Exponenten zu dem Exponenten aus Gleichung (3) nicht überraschend.

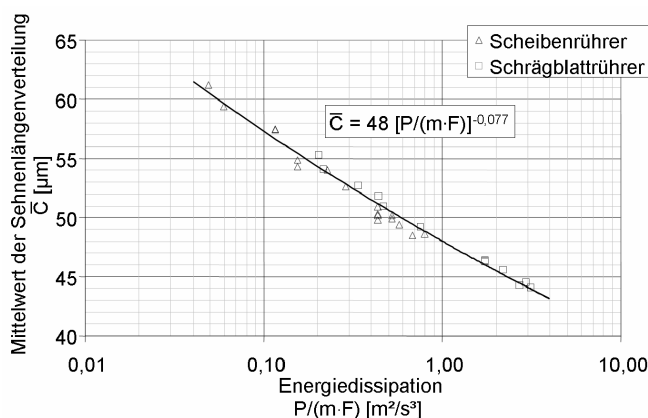


Abbildung 4: Mittelwert der Sehnenlängenverteilung der Öl-in-Wasser-Emulsion als Funktion der Energiedissipation nach Gleichung (3) ($d/D = 0,485$; $D = 200$ mm; $H/D = 1$; 4 Stromstörer)

Durch die Definition einer rührerspezifischen Konstanten, wie es LIEPE [11] vorgeschlagen hat, und der Nutzung der Rührerumfangsgeschwindigkeit können die Messwerte ebenfalls korreliert werden. Bei konstanter Beanspruchung, d.h. bei gleichen Partikelgrößenverteilungen, ergeben sich für die vorgestellten Messwerte und für die Literaturdaten [8] folgende Beziehungen:

Beanspruchung = const. :

$$\frac{w_{\text{Tip,Scheibenrührer}}}{w_{\text{Tip,Schrägblattrührer}}} \approx 0,75 \quad \text{Gleichung (4)}$$

Was ausdrücklich erwähnt werden soll ist, dass dieses Rührerumfangsgeschwindigkeitsverhältnis, im Gegensatz zum Dissipationsbeiwert nach LIEPE, unabhängig von der Behältergröße D und vom Durchmesser Verhältnis d/D ist (s. Tab. 2 und 3).

Tabelle 2* : Literaturdaten [8]; Flockensystem; $D = 400$ mm; $H/D = 1$

| Rührertyp | d/D [-] | Ne [-] | d_{VF} [μm] | w_{Tip} [m/s] |
|--------------------------------|--------------|-------------|-------------------------------|---------------------------|
| 6 Blatt-Scheibenrührer | 0,23 | 3,7 | 48 | 1,71 |
| | 0,33 | 5,0 | 44 | 1,76 |
| | 0,65 | 5,5 | 50 | 1,62 |
| 3x24° Schrägblattrührer | 0,33 | 0,21 | 44 | 2,34 |

Tabelle 3: Eigene Messwerte; Öl-in-Wasser-Emulsion; $D = 200$ mm; $H/D = 1$

| Rührertyp | d/D [-] | Ne [-] | \bar{C} [μm] | w_{Tip} [m/s] |
|--------------------------------|--------------|-------------|--------------------------------|---------------------------|
| 6 Blatt-Scheibenrührer | 0,485 | 4,05 | 52,6 | 1,40 |
| | | | 49,4 | 1,77 |
| 3x24° Schrägblattrührer | 0,485 | 0,26 | 52,7 | 1,86 |
| | | | 49,2 | 2,45 |

Infolge dessen sind für die angestrebten CFD-Simulationen die Randbedingungen für eine konstante Beanspruchung bei verschiedenen Rührertypen eindeutig.

4 Schlussfolgerung und Ausblick

Die dargestellten Messergebnisse zeigen, dass die Partikelbeanspruchung, mit dem vorgestellten Flüssig/flüssig-Modellstoffsystem und der FBRM[®]-Sonde bei äußerst niedrigen spezifischen Rührerleistungseinträgen ($P/m < 0,02$ W/kg) untersucht werden kann. Dies konnte u.a. durch die gute Korrelation der Messwerte mit empirischen Beziehungen aus der Literatur bestätigt werden.

Aufgrund der Tatsache, dass die Mittelwerte der Partikelgrößenverteilungen \bar{C} , die mit unterschiedlichen Rührern erzielt worden sind, nicht mit der spezifischen Rührerleistung P/m sowie der Rührerumfangsgeschwindigkeit w_{Tip} korrelieren, zeigt, dass die Partikelbeanspruchung durch den Rührertyp sowie durch zusätzliche Parameter (Rührerblattflächen etc.) beeinflusst wird. Zur Klärung dieser Tatsache ist die CFD ein nützliches Werkzeug. Dabei ist das Rührerumfangsgeschwindigkeitsverhältnis aus Gleichung (4) von entscheidender Bedeutung, da somit systematische Analysen verschiedenster Parameter bei konstanten Tropfenbeanspruchungen möglich sind. Hiermit

* Die Literaturdaten sind den Abbildungen in [8] entnommen worden.

sollen Fragen wie, sind die Gradienten (normal, tangential) der mittleren Geschwindigkeiten ausreichend, um die Beanspruchung zu beschreiben, oder ist die Turbulenz (d.h. Fluktuationsgeschwindigkeiten), für den Tropfenaufbruch primär verantwortlich, beantwortet werden. Ist letzteres der Fall, dann spielt das verwendete Turbulenzmodell eine wesentliche Rolle. Abschließend ist mit den vorgestellten Messungen eine gezielte Beeinflussung der Partikelbeanspruchung in entsprechenden Reaktoren allein auf der Basis des Rührerdurchmessers und der -drehfrequenz möglich.

Diese Resultate sind durch die Kooperation der Hochschule Anhalt (FH) mit der BTS GmbH, der TU Berlin und der Fachhochschule Nürnberg im Rahmen des AiF-Forschungsprojektes (FKZ 1733X06) entstanden.

5 Literatur

- [1] H.-J. Henzler, A. Biedermann, *Chem. Ing. Tech.* **1996**, 68 (12), 1546.
DOI: 10.1002/cite.330681205
- [2] J. Hoffmann, K. Büscher, D.C. Hempel, *Chem. Ing. Tech.* **1995**, 67 (2), 210.
DOI: 10.1002/cite.330670219
- [3] G. Langer, A. Deppe, *Chem. Ing. Tech.* **2000**, 72 (1-2), 31.
DOI: 10.1002/1522-2640(200001)72:1/2<31::AID-CITE31>3.0.CO;2-O
- [4] M. Wille, Zum Einfluss makroskopischer Dehnströmungen auf die Tropfenbeanspruchung beim Flüssig/Flüssig-Dispergieren in turbulenten Rührerströmungen, *Dissertation*, Universität Dortmund **2000**.
- [5] R. Geisler, Fluidodynamik und Leistungseintrag in turbulent gerührten Suspensionen, *Dissertation*, TU München **1991**.
- [6] S. Wollny, R. Sperling, *Chem. Ing. Tech.* **2007**, 79 (3), 199.
DOI: 10.1002/cite.200600129
- [7] S. Wollny, R. Sperling, Untersuchungen zur Partikelbeanspruchung in turbulenten Rührwerksströmungen, *9. Köthener Rührerkolloquium*, Köthen **2006**.
- [8] A. Biedermann, Scherbeanspruchung in Bioreaktoren, *Dissertation*, Universität zu Köln **1994**.
- [9] S. Tralles, Entwicklung eines Testsystems zur Bestimmung der Scherbeanspruchung in Bioreaktoren, *Diplomarbeit*, Universität-GH Paderborn **1989**.
- [10] J. Worlitschek, Monitoring, Modeling and Optimization of Batch Cooling Crystallization, *Dissertation*, ETH No. 15189, Zürich **2003**.
- [11] Rührwerke – *Theoretische Grundlagen, Auslegung und Bewertung* (Eds. F. Liepe, R. Sperling, S. Jembere), Eigenverlag Fachhochschule Köthen, Köthen **1998**.

Symbolverzeichnis

| | | |
|-----------|---------------|---------------------------------------|
| α | ° | Rührerblattanstellwinkel |
| b_R | m | Rührerblattlänge |
| \bar{C} | μm | Mittelwert der Sehnenlängenverteilung |
| c_{CMC} | ppm | Mizellbildungskonzentration |
| d | m | Rührerdurchmesser |
| D | m | Behälterdurchmesser |
| d_{VF} | m | Vergleichsflockendurchmesser |
| F | - | Korrekturfunktion nach [1] |

| | | |
|-----------|------|-----------------------------------|
| h | m | projizierte Blatthöhe des Rührers |
| h_R | m | Rührerblatthöhe |
| h_{RM} | m | Mittlere Rührereinbauhöhe |
| H | m | Behälterfüllhöhe |
| M_i | - | Klassenmitte |
| Ne | - | NEWTONzahl |
| P/m | W/kg | spezifische Rührerleistung |
| t_R | m | Rührblattbreite |
| w_{Tip} | m/s | Rührerumfangsgeschwindigkeit |
| y_i | - | Anzahl der detektierten Partikel |
| z | - | Rührerblattanzahl |
| Z_R | - | Anzahl der Rührer |