

Leitfähigkeits-Kreisringsonde zur Überwachung des Gasgehalts in einem Loop-Reaktor

Lukas Lauritsch¹, Florian Klupal², Mark Hlawitschka² und Marco Da Silva¹

¹Institut für Elektrische Messtechnik, Johannes Kepler University Linz, 4040 Linz, Austria

²Institut für Verfahrenstechnik, Johannes Kepler University Linz, 4040 Linz, Austria

Kontakt: lukas.lauritsch@jku.at

Einleitung

Der in Abb. 1 dargestellte Loop-Reaktor ist eine spezielle Form eines Schlaufenreaktores. Solche Reaktoren werden in verschiedenen Bereichen eingesetzt, z. B. bei Polymerprozessen, Hydrierungen, Fischer-Tropsch-Synthesen und in der Abwasserbehandlung [1, 2]. Diese Reaktoren optimieren die Wechselwirkungen zwischen Flüssigkeit, dispergierter Blasenphase und gegebenenfalls einer katalytischen Phase durch zirkulierende Strömungen. In der Regel wird eine gezielt auf- und abwärts gerichtete Zirkulationsströmung (Schlaufenströmung) durch ein zentrales Einsteckrohr und einen Ringspalt erzwungen. Für die richtige Auslegung und Modellierung ist ein umfassendes Verständnis der komplexen Mehrphasenströmung im Reaktor unerlässlich. Der Gasgehalt stellt dabei eine der zentralen Kenngrößen dar und gilt als vermutlich wichtigste Messgröße in Zweiphasenströmungen [3].

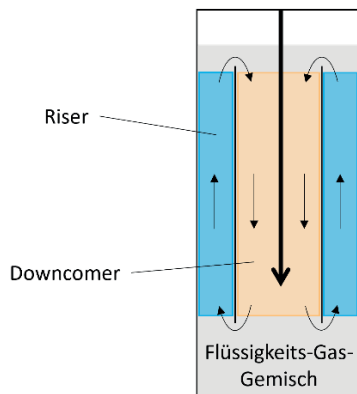


Abb. 1: Loop-Reaktor mit Treibstrahldüse: Messbereiche für die Gasgehaltsbestimmung (blau und gelb) und schematische Darstellung der internen Zirkulationsströmung, symbolisiert durch Pfeile.

Zur Gasgehaltsbestimmung in solchen Reaktoren kommen Messmethoden mit Nadelsonden, Pavlov-Rohr oder die Druckabfallmethode zum Einsatz [4–6]. Allerdings weisen diese Methoden eine Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit, dem Strömungsmuster sowie der Invasivität der Messungen auf. Darüber hinaus reichen konventionelle kameraoptische Verfahren zur Charakterisierung der lokalen Eigenschaften nicht aus, da die Kolonne durch den erhöhten

Gasgehalt undurchsichtig wird. Leitfähigkeitssonden sind von diesen Einschränkungen unbeeinflusst und sind daher eine vielversprechende Methode zur quantitativen Messung des Gasvolumenanteils in einem Reaktor. Solche Sonden können daher zur Aufklärung der komplizierten Fluidodynamik in Versuchsreaktoren eingesetzt werden, und da es sich um eine einfache Technik handelt, haben sie das Potenzial, in der Praxis eingesetzt zu werden.

In diesem Beitrag wird die Entwicklung und Anwendung einer elektrischen Leitfähigkeitssonde zur Überwachung der lokalen Gasgehalte im Loop-Reaktor aus Abb. 1 vorgestellt.

Methoden und Materialien

Elektrische Leitfähigkeitsmessung von Fluiden

Das Messprinzip zur Ermittlung des Gasgehalts basiert auf den elektrischen Eigenschaften des Mehrphasengemisch. Durch Messung des elektrischen Widerstands oder des Leitwerts der Gas-Flüssigkeits-Strömung kann auf den Gasgehalt geschlossen werden, da die elektrische Leitfähigkeit direkt mit dem Gasgehalt in der Flüssigkeit korreliert [7].

Abb. 2 zeigt die äquivalente Impedanz eines typischen Messaufbaus zur Überwachung von Strömungsprozessen. Die Impedanz besteht aus zwei Elektroden, die in Kontakt mit den Fluiden stehen. Dabei ist C_d die Kapazität der Fluide, R_m der Widerstand der Fluide und C_p die parasitäre Kapazität, die durch Polarisation in der Nähe der Elektroden entsteht. Die Impedanz zwischen den Elektroden kann als

$$Z(\omega) = \left(\frac{1}{R_m + \frac{1}{j\omega C_p}} + j\omega C_d \right)^{-1}$$

angegeben werden, mit ω als Kreisfrequenz des Eingangssignals [7].

Durch eine geeignete Wahl der Anregungsfrequenz lässt sich der Einfluss der parasitären Kapazität minimieren (typischerweise 10-100 kHz für Leitungswasser) [7]. Eine Messung mit Gleichstrom von R_m ist nicht möglich, wie das Fluidmodell in Abb. 2 zeigt. Darüber hinaus kann es bei niedrigen Frequenzen aufgrund von elektrochemischen Prozessen zu Alterungseffekten an den Elektroden kommen und bei hohen Frequenzen (MHz-Bereich) wird die Kapazität C_d

dominant. Daher ermöglicht die Auswahl der Anregungsfrequenz im kHz-Bereich eine möglichst präzise elektrische Leitfähigkeitsmessung von Fluiden. Bei Vorhandensein eines elektrisch leitfähigen Fluids und einer geeigneten Wahl der Anregungsfrequenz ist der Leitwert für jede Elektrodenkonfiguration durch die Gleichung

$$G = k_g \cdot \sigma$$

gegeben, wo k_g der Geometriefaktor und σ die Leitfähigkeit der Fluide ist. Da der Geometriefaktor eine Konstante ist, hängt die Änderung des Leitwerts lediglich von der Leitfähigkeit ab. Dadurch lässt sich über eine Messung des Leitwerts beziehungsweise des Widerstands auf die Phasenanteile im System schließen.

Das verwendete zweikanalige Messgerät [8] nutzt eine symmetrische Rechteckspannung ohne Gleichanteil mit einer Frequenz von 2 kHz als Eingangssignal zur Messung der Leitwert- bzw. Widerstandsänderung. Dadurch können die kapazitiven Einflüsse der Impedanz in Abb. 2 vernachlässigt werden und der Gasgehalt über die Leitfähigkeitsänderung ermittelt werden.

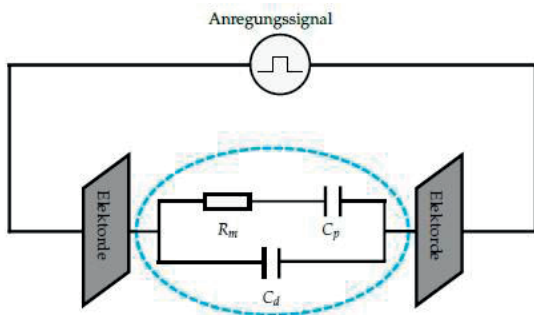


Abb. 2: Äquivalente Schaltung für eine Impedanzmessung in Mehrphasenströmungen.

Leitfähigkeits-Kreisringsonde

Die Leitfähigkeitssonde besteht aus einem äußeren und einem inneren Elektrodenpaar mit kreisringförmigem Aufbau, die in der Außenwand der Kolonne bzw. im Innenrohr installiert sind. In Abb. 3 ist deren Geometrie schematisch dargestellt. Dabei sind die Innenflächen zweier kreisringförmiger Elektroden mit den Fluiden in Kontakt. Die beiden Elektroden sind durch einen nichtleitenden Abstandsring voneinander getrennt. Durch diesen Aufbau wird eine nicht-invasive Messung ermöglicht, wodurch Eingriffe in das zu untersuchende System vermieden werden.

Abb. 4 zeigt die beiden Elektrodenpaare der Leitfähigkeitssonde, sowohl für den äußeren als auch für den inneren Bereich. Der äußere Sensor (Abb. 4a) besteht aus Elektroden, die aus Edelstahl gefertigt sind, sowie einem Abstandsring aus PVC. Die einzelnen Komponenten sind über einen

Konstruktionsklebstoff wasserdicht miteinander verbunden. Der Sensor für den Einsatz im Innenrohr (Abb. 4b) besteht aus einer Halterung, in der die kreisringförmigen Elektroden (grün) sowie der Abstandsring (orange) nacheinander eingelegt und verklebt sind. Die Elektroden sind aus einer Leitplatte gefertigt, welche aus dem Material FR-4 mit chemisch vergoldeter Oberfläche bestehen. Die Innenflächen sind metallisiert, um den Kontakt mit den Fluiden herzustellen (Kantenmetallisierung). Der Abstandsring und die Halterung sind 3D-gedruckt. Sowohl bei der äußeren als auch bei der inneren Sonde haben die Elektroden jeweils eine Dicke von 1,55 mm, während der Abstandsring eine Dicke von 4 mm aufweist.

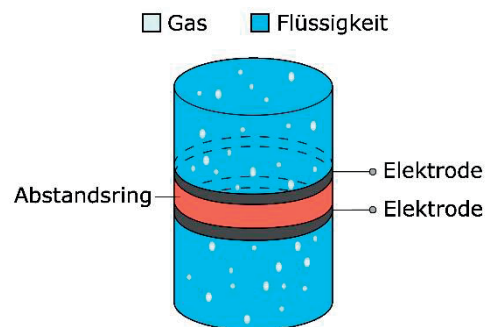


Abb. 3: Schematische Darstellung des Aufbaus der Elektrodenpaare zur Gasgehaltsbestimmung.

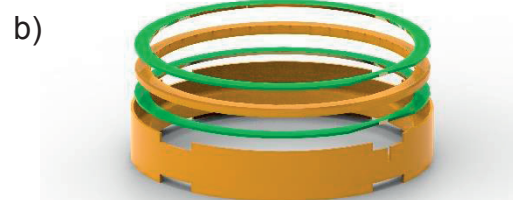
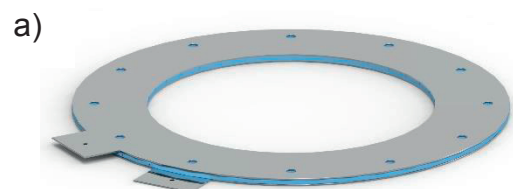


Abb. 4: Leitfähigkeitssonde: a) Elektrodenpaar für den äußeren kreisringförmigen Bereich. b) Elektrodenpaar für den Bereich im Innenrohr.

Versuchsaufbau

Der Versuchsaufbau zur Gasgehaltsbestimmung ist in Abb. 5 abgebildet. Der Loop-Reaktor besteht aus Plexiglasrohren. Das äußere Rohr besteht aus zwei Teilen, mit einem Durchmesser von 29 cm und einer Gesamtlänge von 200,8 cm. Das Innenrohr besteht aus drei Segmenten mit einem Durchmesser von jeweils 14,4 cm und einer Gesamtlänge von 122 cm. Die Pumpe (4) fördert das Wasser (deionisiertes Wasser mit beigemengten NaCl und einer Leitfähigkeit von 500 $\mu\text{S}/\text{cm}$) mit 3200 l/h im Kreis und über eine externe Luftzufuhr (1) kann über den Durchflussregler (3) eine gezielte Luftmenge zugeführt werden.

Mit der Venturi-Düse (7) wird dem Loop-Reaktor das Luft-Wasser-Gemisch zugeführt.

Der äußere Sensor (5) ist zwischen den beiden Teilstücken des Außenrohrs mit zwei Dichtringen oben und unten verschraubt (Abb. 6a). Der innere Sensor (6) wird zwischen den beiden unteren Abschnitten des Innenrohrs eingespannt (Abb. 6b). Beide Sensoren sind mit dem Messgerät (11) verbunden. Ein Power over Ethernet Router (12) versorgt das Messgerät mit Strom und verbindet es gleichzeitig mit dem Computer (13), mit dem die Messdaten ausgewertet werden.

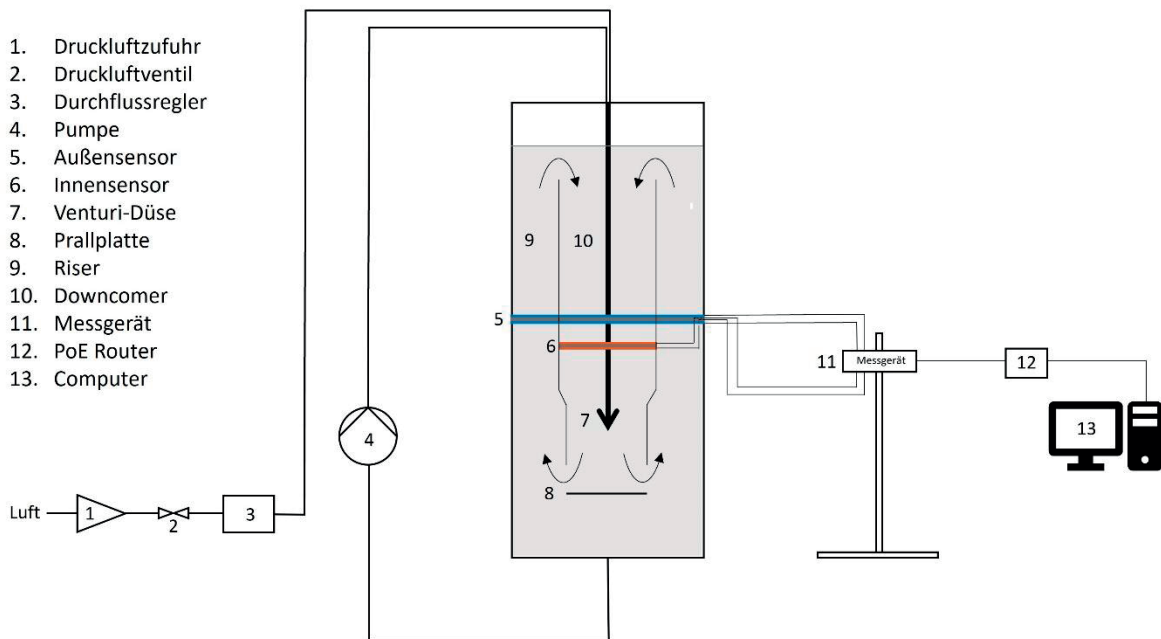


Abb. 5: Versuchsaufbau zur Gasgehaltsbestimmung.

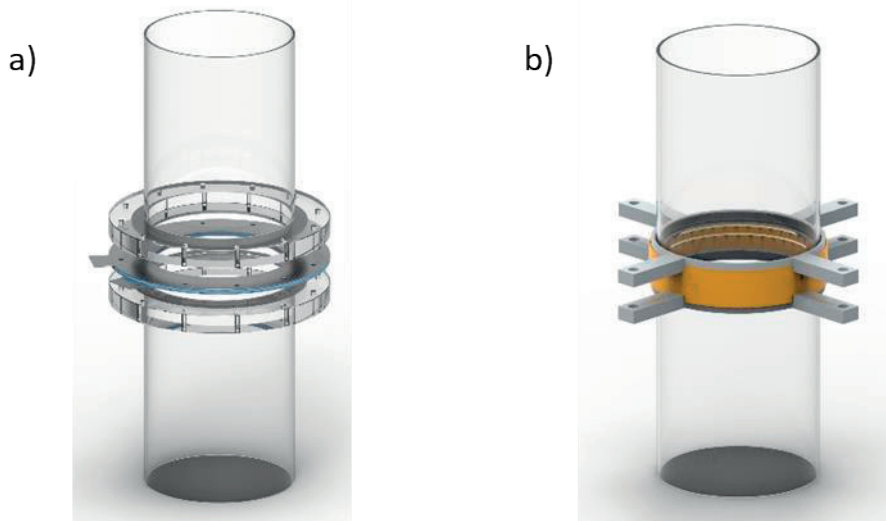


Abb. 6: Montage der Sensoren zwischen den Teilstücken vom a) Außenrohr und b) Innenrohr.

Ergebnisse

Die lokalen Gasgehalte sowohl im Außenbereich (Riser) als auch im Innenbereich (Downcomer) des Loop-Reaktors sind für Leerrohrgeschwindigkeiten des Gases zwischen 0,03 m/s und 0,92 m/s bestimmt worden. Die Verläufe sind in Abb. 7 dargestellt, aus der ersichtlich ist, dass der äußere lokale Gasgehalt annähernd linear ansteigt. Im Gegensatz dazu steigt der Gasgehalt im Innenrohr erst ab einer Gasgeschwindigkeit von 60 l/min an. Im Allgemeinen ist der lokale Gasgehalt im äußeren Bereich ungefähr doppelt so groß wie im Innenrohr. Dies korreliert mit dem Verhalten des Loop-Reaktors, da nur kleine Blasen in den Downcomer gezogen werden können [5].

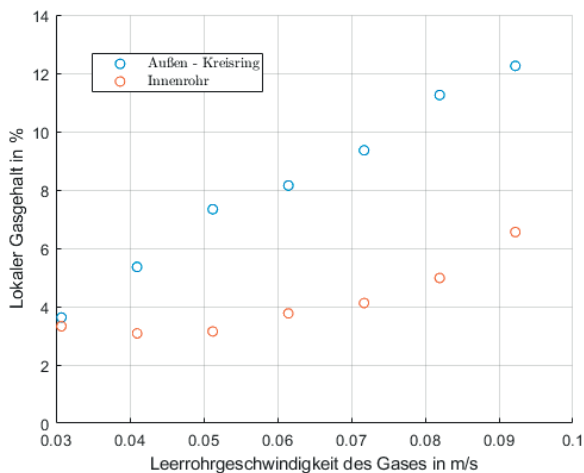


Abb. 7: Lokaler Gasgehaltsverlauf im Außenbereich (Riser) und im Innenbereich (Downcomer).

Diskussion

Die Messergebnisse zeigen, dass die kreisringförmige Leitfähigkeitssonde in der Lage ist, die lokalen Gasgehalte der Schlaufenströmung bei unterschiedlichen Leerrohrgeschwindigkeiten des Gases zu bestimmen. Damit konnten wertvolle Einblicke in die Strömungsvorgänge in einem Loop-Reaktor geliefert werden. Weitere Betriebszustände des Reaktors werden in zukünftigen Arbeiten untersucht.

Literatur

- [1] M. Schlüter, H.-J. Warnecke, and P. Zehner, "Reaktoren für Fluid-Fluid-Reaktionen: Schlaufenreaktoren," in *Springer Reference Naturwissenschaften, Handbuch der Geodäsie*, W. Freeden and R. Rummel, Eds., Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2019, pp. 1–32.
- [2] J. Dreimann, A. Behr, and A. J. Vorholt, "Reaktoren für Fluid-Fluid-Reaktionen: Strahldüsenreaktoren," in *Springer Reference Naturwissenschaften, Handbuch der Geodäsie*, W. Freeden and R. Rummel, Eds., Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2019, pp. 1–28.
- [3] V. Bertola, "Two-Phase Flow Measurement Techniques," in *CISM International Centre for Mechanical Sciences, Modelling and Experimentation in Two-Phase Flow*, M. G. Velarde et al., Eds., Vienna: Springer Vienna, 2003, pp. 281–323.
- [4] P. Tyagi and V. V. Buwa, "Experimental characterization of dense gas–liquid flow in a bubble column using voidage probes," *Chemical Engineering Journal*, vol. 308, pp. 912–928, 2017, doi: 10.1016/j.cej.2016.09.026.
- [5] Y. Gao, X. Gao, Du Hong, Y. Cheng, L. Wang, and X. Li, "Experimental investigation on multiscale hydrodynamics in a novel gas–Liquid–Solid three phase jet-Loop reactor," *AIChE Journal*, vol. 65, no. 5, 2019, doi: 10.1002/aic.16537.
- [6] A. Fadavi and Y. Chisti, "Gas holdup and mixing characteristics of a novel forced circulation loop reactor," *Chemical Engineering Journal*, vol. 131, 1-3, pp. 105–111, 2007, doi: 10.1016/j.cej.2006.12.037.
- [7] X. Shi, C. Tan, F. Dong, E. N. d. Santos, and M. J. Da Silva, "Conductance Sensors for Multiphase Flow Measurement: A Review," *IEEE Sensors J.*, vol. 21, no. 11, pp. 12913–12925, 2021, doi: 10.1109/JSEN.2020.3042206.
- [8] E. Nunes dos Santos, D. Bertoldi, R. Morales, N. Reginaldo, and M. Da José Silva, "P43 - Versatile impedance sensor for multiphase flow monitoring," in *Poster*, Nürnberg, 2023, pp. 364–365.