

Raus mit dem Rührer Rein mit dem Jet

Die Installation von rotierenden Jetköpfen in Tankreaktoren ermöglicht die effektive Mischung und Reinigung wie auch den beschleunigten Massetransport. Rotierende Jetköpfe bieten folglich viele Vorteile für den Ersatz mechanischer Rührer für eine Reihe von chemischen und biotechnologischen Prozessen.

von Mikkel Nordkvist¹, Thomas Grotkjær¹, John Åge Lazar², Jan S. Hummer² & John Villadsen¹

¹Center for Biotechnologisk Procesforskning, BioCentrum-DTU, DTU

²ISO-MIX A/S

Die chemische und biotechnologische Industrie wird in zunehmende Grad mit dem zunehmenden Bedarf an höherer Effektivität, Produktqualität und Rentabilität konfrontiert. Speziell für die Herstellung von Produkten, die in grossen Mengen produziert werden und wo der Preis von Produkten entscheidend ist, spielen eine hohe Ausbeute und geringfügig variable Unkosten die grösste Rolle. Energiekosten für die Reaktorzumischung von Flüssigkeiten, für die Zufuhr von gasförmigen Substanzen (z.B. Sauerstoff) und zur Kühlung repräsentieren deshalb den Grossteil der variablen Gesamtproduktionskosten für die Herstellung von einer Reihe von Fermentierungsprodukten wie z.B. Aminosäuren, Bäckerhefe, Single Cell Proteinen [1] und industriellen Enzymen. Deshalb sind Konstruktion und Betrieb von Reaktoren von entscheidender Bedeutung für die Entwicklung konkurrenzfähiger Prozesse. Im Folgenden wird der rotierenden Jetkopf als Alternative zu herkömmlichen, mechanisch gerührten Tankreaktoren vorgestellt.

Gerührte Tankreaktoren

Der dominierende Reaktortyp in der Biotechindustrie und grösstenteils in der chemischen Industrie ist der mechanisch gerührte Tankreaktor.

Eine typische Fermentierung in der Biotechindustrie basiert auf Bakteriensuspensionen, Hefekulturen, oder filamentösen Pilzen, die mechanisch unter Gaszufuhr vom Tankboden in grossen Stahltanks gerührt werden. Das Upscaling von Fermentierungsprozessen bereit zur Zeit grosse technische Probleme und optimale Lösungen sind schwer zu finden. Mischen, Massetransport und Wärmezufuhr repräsentieren dabei die drei häufigsten Probleme. In vielen biotechnologischen Prozessen, wie z.B. die Herstellung industrieller Enzyme in Feed-Batch Prozessen, ist eine Zuckerkonzentration von weniger als z.B. 20 mg/L notwendig für die maximale Ausbeute an Enzym. Da die zugeführte Zuckerkonzentration typischerweise sehr hoch ist (ca. 300 g/L) ist die Mischung die anspruchsvollste Aufgabe der industriellen Produktion mit Tankvolumina von bis zu $V = 200\text{m}^3$. Das Mischen erfolgt meistens mit Rushton-Turbinen die in 2-3 m Abständen angebracht sind [2]. Jede einzelne Rushton-Turbine bewirkt eine gute Durchmischung in ihrer unmittelbaren Umgebung, da jedoch nur eine radiale Wirkung vorliegt werden typischerweise zusätzlich zum Austausch der einzelnen Mischzonen auf- und abwärtspumpende Propellereinheiten installiert. Dies führt zu enormen Instabilitäten die eine rasche Abnutzung des Mischaggregats bewirken können [3,4]. Das Mischaggregat soll auch die Dispersion von zugeführtem Gas unterstützen um einen hohen Massetransport zu ermöglichen. In mechanisch gerührten Tankreaktoren sind normalerweise Kühlröhren in Nähe der Tankinnenwand montiert. Da die Tankoberfläche pro Volumen mit $V^{-1/3}$ abnimmt stellt der Wärmeaustausch die grösste Hürde in Grosstanks dar. In Kombination mit Verwirbelungsrippen ist die interne Wärmeaustauschvorrichtung auch problematisch hinsichtlich ihrer Reinigung. Eine grosse Erleichterung besteht darin den Wärmeaustausch ausserhalb des Tanks in einer Rezirkulationsschleife zu vollziehen. Dies ist die Basis des Iso-Mix Systems bei der der Tank lediglich als Flüssigkeitsbehälter funngiert und so kostengünstig und einfach zu reinigen ist.

Das ISO-MIX System

Der rotierende Jetkopf (RJK) wurde ursprünglich zur Tankreinigung entwickelt. Das Prinzip des RJK basiert auf der Zufuhr von Flüssigkeit in den Jetkopf durch ein zentrales Rohr (Abbildung 1). Der Einflussdruck der Flüssigkeit bewirkt die angezeigte Rotation des Jetkopfs um dessen sowohl vertikale als auch horizontale Achse, wobei die Flüssigkeit durch die vier Düsen gespritzt wird und die dabei erzeugte Druckenergie in kinetische Energie umgewandelt wird. Die Kombination der induzierten Bewegung und der grossen mechanischen Einwirkung des Flüssigkeitsstrahls nach Auftreffen auf die Oberfläche bewirkt eine äusserst effektive Reinigung [5].

Die Idee das rotierende Jetkopfprinzip zum Mischen zu benutzen entstand während einer Tankreinigung bei der sich der Jetkopf zufällig unterhalb der Flüssigkeitsoberfläche befand und eine gewaltsame Verwirbelung bewirkte. Heute besitzt die Firma Iso-Mix A/S das Patent für dieses RJK-System und mittlerweile existiert auch eine Pilotversuchsanlage in Ishøj (Abbildung 2). Abbildung 3 veranschaulicht das Prinzip des Iso-Mix Systems. Die Flüssigkeit zirkuliert vom Boden des Gefässes zu einem in die Flüssigkeit eingetauchten RJK. Der Flüssigkeitsstrahl des Jetkopfs bewirkt das Umrühren des Tankinhalts und durch die Rotation des Jetkopfs beeinflusst der Flüssigkeitsstrahl nach einer gewissen Zeit den gesamten Tankinhalt was zur Eliminierung toter Zonen führt. Mittels der Rezirkulationsschleife wird die Flüssigkeit durch den RJK effektiv im gesamten Tank verteilt. Gleichzeitig ist es möglich Gas über die Druckseite der Pumpe zuzuführen und zusätzlich kann Wärme effektiv durch einen in die Rezirkulationsschleife eingliederten Plattenwärmeaustauscher abgeführt werden. Der Versuchstank besitzt einen Durchmesser von 1,256 m und standardmässig wurde ein Versuchsflüssigkeitsvolumen von $V = 3.4 \text{ m}^3$ benutzt. Der Jetkopf war zentral im Flüssigkeitsvolumen plziert da sich dies als optimale Position in Vorversuchen erwiesen hatte.

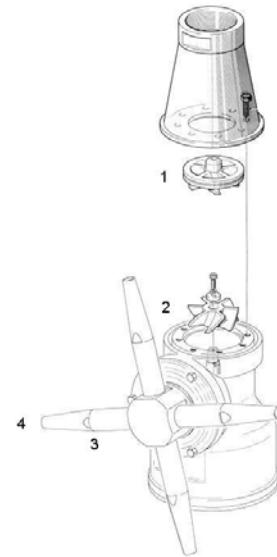


Abbildung 1: Skizze eines IM20 rotierenden Jetkopfs. Die Flüssigkeit wird von oben eingepumpt und verteilt (1), in Richtung Turbine weitergeleitet (2) wodurch sich der rotierende Jetkopf durch ein Getriebesystem horizontal in Bewegung setzt. Die vier Verteilerarme (3) werden dadurch gleichzeitig um die vertikale Achse bewegt und somit kann das gesamte Tankvolumen durch den Jetstrahl der Düsen vermischt werden (4). Die Gesamtlänge des des Jetkopfs beträgt 356 mm bei einem Gewicht von 12,2 kg.

Der rotierende Jetkopf

Der rotierende Jetkopf wird aktuell in verschiedenen Ausführungen produziert, jedoch basieren alle auf demselben RJK Prinzip aus Abbildung 1. Die drei beschriebenen Modelle IM10, IM15 und IM20 besitzen jeweils vier Verteilerarme die mit verschiedenen Düsengrössen bestückt werden können. Der IM10 wird mit Düsen der Grössen 3,9, 4,6, oder 5,5 mm geliefert, der IM15 mit den Grössen 6, 7 oder 8 mm, während für den IM20 Düsen von 8, 9 oder 10 mm zur Verfügung stehen. Die Düsengrösse für einen bestimmten RJK bestimmen dessen Wirkungsweise. Das Prinzip in einem RJK basiert auf der Umwandlung der in den Jetkopf eingeführten Druckenergie in aus den Düsen ausströmende kinetische Energie. Für das Erreichen einer reibungsfreien Energiebalance für einen unbelüfteten Flüssigkeitsfluss durch einen oder mehrere rotierende Jetköpfe gilt die folgende Gleichung, bei der die kinetische Energie am Einfluss wie auch potentielle Energie vernachlässigt werden:

$$(1) \quad v_l \Delta p = \frac{1}{2} \rho_l v_l \left(\frac{v_l}{A_d} \right)^2$$

Hierbei ist v der gesamte volumetrische Flüssigkeitsfluss, ρ die Dichte, A die Gesamtdurchschnittsfläche der Düsen und Δp der Druckunterschied zwischen Einfluss in den RJK und dem Ausfluss der Düsen (konstante Einheiten). Folglich kann die Gesamtdurchschnittsfläche für vier Düsen pro RJK als $A = 4 N d^2 \phi/4$ beschrieben werden. Für einen Massefluss von 1000 kg/m³ (gültig für alle drei gesteten Lösungen) beträgt der volumetrische Flüssigkeitsfluss v in m³ /h

$$(2) \quad v_i = 0.1599 d^2 N \Delta p^{1/2}$$

Hierbei ist N die Anzahl an RJKs, d der Düsendurchmesser in mm und Δp der Druck in bar. Diese rein theoretisch ausgelegte Gleichung zeigte eine perfekte Übereinstimmung mit den Versuchsergebnissen. Der Effekt P in W lässt sich aus Gleichung (2) wie folgt berechnen:

$$(3) \quad P = \frac{v_i \Delta p}{0.036} = 1086 v_i^3 d^{-4} N^{-2}$$

Durch Belüften ändert sich die Beziehung zwischen volumetrischem Flüssigkeitsfluss und –druck, wobei das Gas während der Passage durch die Düsen expandiert. Neben N , d und Δp hängt der Flüssigkeitsfluss unter Belüftung auch von der Beziehung zwischen dem Gas- und Flüssigkeitsfluss ab.

Mischen

Die Mischeigenschaften des Systems wurden mit einer Technik untersucht bei der entweder Säure oder Base dem Tank zugeführt wurden und der veränderte pH als Funktion der Zeit zur Berechnung der Mischzeit herangezogen wurde [6]. Die Mischzeit wurde definiert als die benötigte Zeit bis das Tankvolumen 5% homogen war, d.h. die benötigte Zeit um 95% des Endwerts zu erreichen. Zwei verschiedene Zugabemethoden wurden zur Charakterisierung verwendet: Zugabe von Säure oder Base von der Tankoberseite oder über die Rezirkulationsschleife. Das System wurde mit drei verschiedenen Flüssigkeiten getestet: Wasser und 0,75% oder 1,5% CMC Lösungen mit Viskositäten von 27 bzw. 137 cP (die benutzten CMC Lösungen waren nahezu pseudoplastisch, zeigten aber aufgrund von Verschiebungsgeschwindigkeiten unterhalb 300 /s für 0,75% CMC und 32 /s für 1,50% CMC Newton'sche Eigenschaften).

Die Resultate der Mischversuche sind in Abbildung 4 dargestellt. Die Abbildungen 4A und 4B zeigen die Ergebnisse für die Zugaben von Tracern (Säure oder Base) von der Tankoberseite, während Abbildung 4C und 4D die Ergebnisse nach Zugabe über die Rezirkulationsschleife zeigen. Es erwies sich, dass die Zugabe von Tracern über die Rezirkulationsschleife eine deutliche Verringerung der Mischzeit bewirkten. Dies erklärt sich durch die effektivere Tracerverteilung des turbulenten Jetflusses (Die Reynoldszahl von Wasser beträgt 10 6 am Düsenausgang).



Abbildung 2: Thomas Grotkjær demonstriert den entwickelten Testreaktor in Ishøj. Der Tankdurchmesser beträgt 1,256 m. Das Standardtestvolumen beträgt 3,4m³. Das Flüssigkeitsvolumen der Rezirkulationsschleife beträgt 70 L und das Flüssigkeitsvolumen rezirkuliert zwischen 2 und 12 mal pro Stunde. Die zwei blauen Pumpen in der linken, unteren Bildhälfte sorgen für die optionale

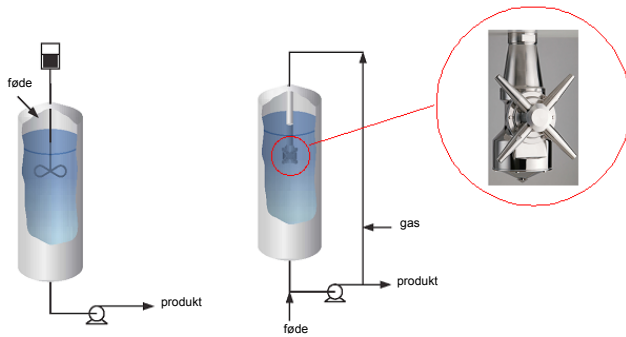


Abbildung 3: Vergleich eines mechanisch gerührten Tanks (links) und des Iso-Mix Systems. Im Iso-Mix System zirkuliert die Flüssigkeit vom Tankboden und wird durch den RJK wieder im Tank verwirbelt. Eine optionale Rezykulationsschleife mittels einer Pumpe ermöglicht eine zusätzliche Steigerung der Durchmischung. Gas kann über die Druckseite der Pumpe zugegeben werden. Wärme kann über einen in die Rezykulationsschleife eingegliederten Plattenwärmeaustauscher abgeführt werden.

Abbildung 4A zeigt, dass die Mischzeit lediglich vom volumetrischen Flüssigkeitsfluss v des getesteten Düsendurchmessers abhängt. Da der Effekt einen bestimmten Flüssigkeitsfluss nach Gleichung (3) zu erreichen mit d^{-4} abnimmt wird der spezifische Effekt P/V zum Erreichen einer bestimmten Mischzeit mit zunehmendem Düsendurchmesser abnehmen. Dies illustriert auch Abbildung 4B in der die drei Kurven den drei Wasserkurven aus Abbildung 4A entsprechen. Folglich ist es von Vorteil einen RJK mit grossen Düsen zu installieren, eine geringer kapazitive Pumpe erfordert jedoch eine andere Definition.

Um Aussagen zum Up- und Downscaling zu treffen wurde eine Serie von Mischversuchen mit unterschiedlichen Flüssigkeitsvolumina durchgeführt bei denen der Tracer von der Tankoberseite zugegeben wurde. Ein IM15 RJK wurde zentral im Flüssigkeitsvolumen einer 1,50% CMC Lösung (mit verschiedenen Flüssigkeitshöhen) plziert. Abbildung 5 zeigt dass der spezifische Effekt P/V zum Erreichen einer bestimmten Mischzeit unabhängig vom Flüssigkeitsvolumen V ist. Im Gegensatz dazu wird der spezifische Effekt in einem mechanisch gerührten Tank erhöht um die Mischzeit konstant zu halten, während das Volumen abnimmt. Das Upscaling in einem Iso-Mix System ist ebenfalls problemlos im Vergleich zu mechanisch gerührten Systemen. So lange der Jetkopf das umgebende Flüssigkeitsvolumen abdecken kann wächst der Effekt P linear mit dem Reaktorvolumen um eine bestimmte Mischzeit zu garantieren. In grossen Tanks können mehrere RJKs installiert werden die jeweils ihre Zonen abdecken und in den überlappenden Regionen einen zusätzlichen Austausch als auch die Zuflussversorgung aller Zonen bewirken.

Massetransport

Der Transport von Sauerstoff in Luft/Wassersystemen wurde im Iso-Mix System basierend auf der Zugabe von Brintonitril zur Flüssigkeit und dessen anschliessender Katalase zu Sauerstoff untersucht. Der erzeugte Sauerstoff wird von der flüssigen in die Gasphase wird mit einer Geschwindigkeit transportiert die vom Massetransportkoeffizienten k_a abhängig ist [7,8]. Dies wurde in einer Versuchsreihe untersucht in der der Luftfluss zwischen 21 und 174 Nm³ /h betrug. Die Einleitung in die Rezykulationsschleife nach der Pumpe erfolgte bei variierendem Flüssigkeitsfluss. Die Versuche wurden mit einem Flüssigkeitsvolumen von 3.4 m³ durchgeführt und mit einem oder zwei zentral plzierten IM20 RJKs ($d = 10$ mm). Die Versuchsdaten lassen sich mit der folgenden Korrelation für $k_l a$ (h⁻¹) beschreiben:

$$(4) \quad k_l a = 345 u_g^{0.76} v_l^{0.70}$$

Hierbei ist u die lineare Gasgeschwindigkeit durch den leeren Tank in m/s und v der volumetrische Flüssigkeitsfluss in m³ / h.

Entsprechend den Mischzeitergebnissen ist der Flüssigkeitsfluss und nicht der spezifische Effekt bestimmend für den Massetransportkoeffizienten für den benutzten Düsendurchmesser und die Anzahl der RJKs. Zusätzlich zum Beweis das Mischen und Massetransport von denselben

physikalischen Mechanismen kontrolliert werden zeigt dies auch, dass der Massetransport am besten durch die Installation mehrerer RJKs mit grossen Düsen realisiert wird was zum einem grossen Flüssigkeitsfluss bei einem moderaten Effekt führt.

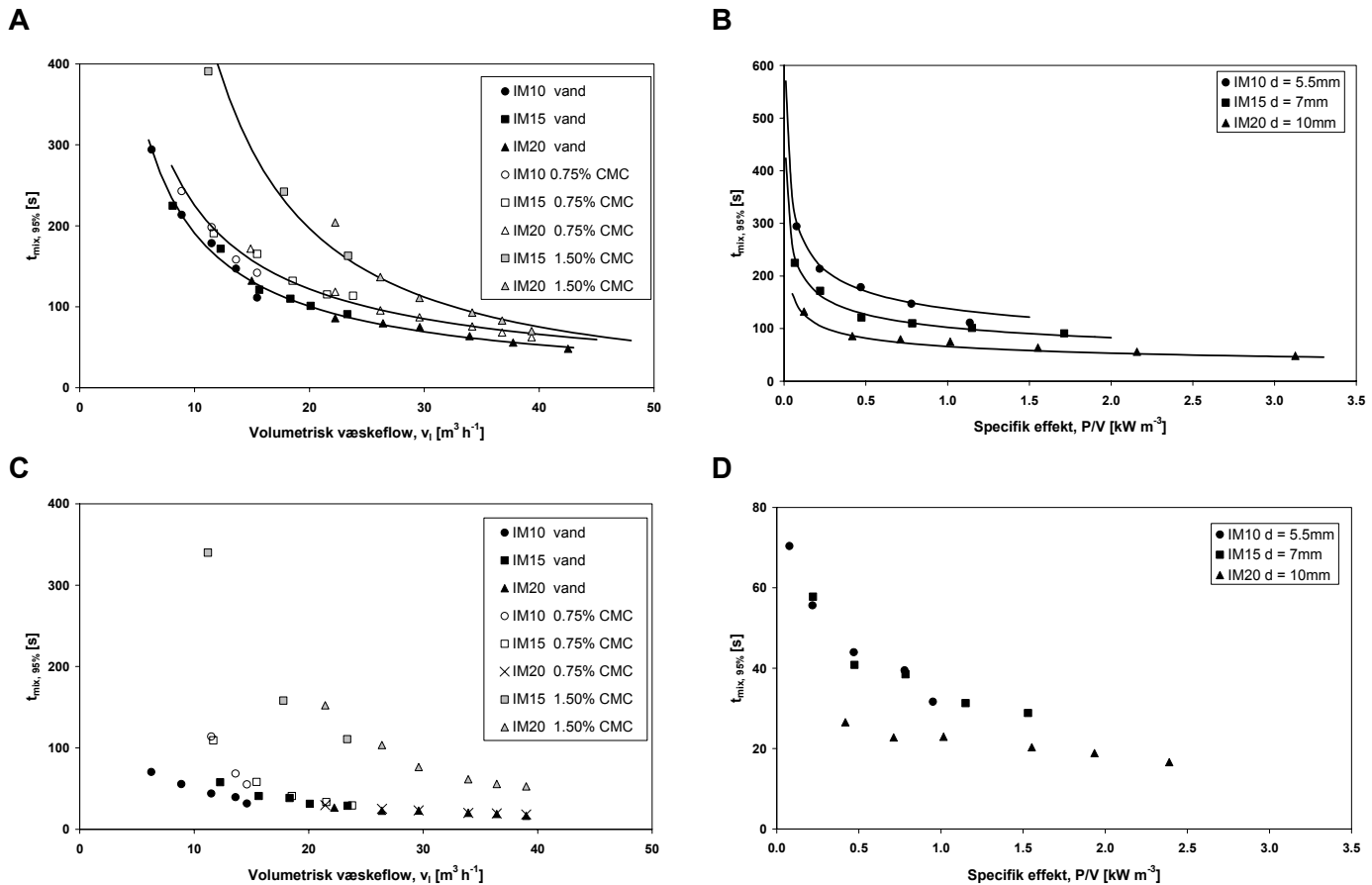


Abbildung 4: Ergebnisse der Mischexperimente bei denen der RJK zentral im Flüssigkeitsvolumen von $V = 3,4 m^3$ plaziert war. Drei verschiedene RJK Modelle wurden getestet: IM10 mit Düsendurchmessern von $d = 5,5 mm$, IM15 mit $d = 7 mm$ und IM20 mit $d = 10 mm$. Abbildung 4A und 4B zeigen die Mischzeiten für die Tracerzugabe (Säure oder Base) von der Tankoberseite. Abbildung 4C und 4D zeigen die Mischzeiten für die Tracerzugabe über die Rezirkulationschleife. Aus Abbildung 4B und 4D (Ergebnisse für Wasser) lässt sich der spezifische Effekt P/V als unabhängige Variable ableiten. Aus Abbildung 4A und 4C lässt sich der volumetrische Flüssigkeitsfluss v als unabhängige Variable ableiten. Die Regressionskurven in Abbildung 4A können sind mit $t = \dots$ beschrieben werden. Die Kurven in Abbildung 4B (Ergebnisse für Wasser) ergeben sich aus der oben stehenden Beziehung zwischen t und v und aus Gleichung (3).

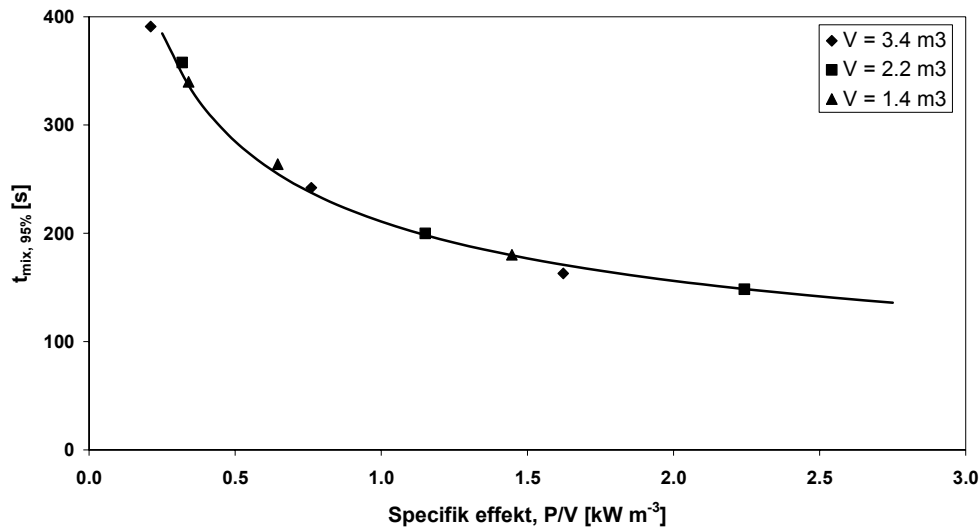


Abbildung 5: Der spezifische Effekt P/V (kW/m^3) zum Erreichen einer bestimmten Mischzeit nach Tracerzugabe von der Tankoberseite und mittels eines zentral im Flüssigkeitsvolumen einer 1,50% CMC Lösung platzierteren IM15 ($d = 7 \text{ mm}$). Drei verschiedene Flüssigkeitsvolumina $V = 1,4, 2,3$ und $3,4 \text{ m}^3$ wurden getestet. Der spezifische Effekt zum Erreichen einer bestimmten Mischzeit ist unabhängig vom vorhandenen Flüssigkeitsvolumen.

Perspektiven und zukünftige Entwicklungen

Das Iso-Mix System ist die kostengünstige Alternative zur mechanischen Rührung, da der Tank lediglich als Flüssigkeitsbehälter fungiert und zusätzlich zu einem RJK nur eine passende Pumpe benötigt wird um ein geeignetes System Mischen als auch zur Tankreinigung zu haben.

Das System wird bereits von mehreren dänischen Firmen getestet, unter anderem eine grosse dänische Brauerei, die zum Test mehr als 20 Prozessstationen als relevant auserkoren hat. Da mehrere Firmen Interesse am Einsatz der Technologie für hochviskose Flüssigkeiten bekundet haben, ist die Iso-Mix A/S aktuell damit beschäftigt Flüssigkeiten mit Viskositäten zwischen 400 und 1000 cP zu testen.

Zur weiteren Charakterisierung des Systems wurde kürzlich ein neues Projekt gegründet in dem die kontinuierliche aerobe Produktion von Bäckerhefe in einem Iso-Mix System, einem mechanischen Rührreaktor und in einem neu etablierten U-Loop-Fermenter im Biozentrum der DTU verglichen werden soll [4]. Das Ziel des Projekts ist es die maximalen volumetrische Produktionsgeschwindigkeiten der einzelnen Systeme zu identifizieren einschliesslich der individuellen Energiekosten für Gaskompression, Mischen und Kühlen.

Literatur

1. Villadsen, J. (2002) Bioprotein. Dansk Kemi, **83** (2): 20-23.
2. Gogate, P. R., Beenackers, A. A. C. M. & Pandit, A. B. (2000). Multiple-impeller systems with a special emphasis on bioreactors: a critical review. *Biochem. Eng. J.*, **6**, 109-144.
3. Vrabel, P., van der Lans, R. G. J. M., Luyben, K. Ch. A. M., Boon, L. & Nienow, A. W. (2000). Mixing in large-scale vessels stirred with multiple radial or radial and axial up-pumping impellers: modelling and measurements. *Chem. Eng. Sci.*, **55**, 5881-5896.
4. Hobley, T. J. (2003). En ny generation af bioreaktorer. Dansk Kemi, **84** (3): 10-11.
5. Hummer, L. (2000). Effektiv og økonomisk indvendig rengøring af procesudstyr, Dansk Kemi, **81** (5): 14-17.
6. Marten, M. R., Wenger, K. S. & Khan, S. A. (1997). Rheology, mixing time, and regime analysis for a production-scale *Aspergillus oryzae* fermentation. *Proceedings of the 4th*

- International Conference on Bioreactor and Bioprocess Fluid Dynamics*, 1.-3. juli, Edinburgh, UK (pp. 295-313).
7. Hickman, A. D. (1988). Gas-liquid oxygen transfer and scale-up. A novel experimental technique with results for mass transfer in aerated agitated vessels. *Proceedings of the 6th European Conference on Mixing*, 24.-26. maj, Pavia, Italien (pp. 369-374).
 8. 8. Nielsen, J., Villadsen, J. & Lidén, G. (2002). *Bioreaction Engineering Principles*. 2. udgave. New York: Kluwer Academic/Plenum Press. (pp. 451-452)