

**Messen der lokalen Phasenanteile  
in dreiphasig betriebenen Blasensäulen  
mit Hilfe der Dual-Energie Röntgentomographie**

Von der Fakultät für Maschinenbau  
der Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover  
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor-Ingenieur

genehmigte Dissertation

von

Dipl.-Ing. Martin Behling  
geboren am 20. Juli 1974 in Großburgwedel

2008

**Messen der lokalen Phasenanteile  
in dreiphasig betriebenen Blasensäulen  
mit Hilfe der Dual-Energie Röntgentomographie**

Von der Fakultät für Maschinenbau  
der Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover  
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor-Ingenieur

genehmigte Dissertation

von

Dipl.-Ing. Martin Behling  
geboren am 20. Juli 1974 in Großburgwedel

2008

### **Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek**

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.ddb.de> abrufbar.

1. Aufl. - Göttingen : Cuvillier, 2008  
Zugl.: Hannover, Univ., Diss., 2008  
978-3-86727-624-5

1. Referent: Prof. Dr.-Ing. Dr.h.c. Dieter Mewes

2. Referentin: Prof. Dr.-Ing. Andrea Luke

Vorsitzender der Prüfungskommission: Prof. Dr.-Ing. habil. Lothar Schulze

Tag der Promotion: 27.06.2007

© CUVILLIER VERLAG, Göttingen 2008  
Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen  
Telefon: 0551-54724-0  
Telefax: 0551-54724-21  
[www.cuvillier.de](http://www.cuvillier.de)

Alle Rechte vorbehalten. Ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages ist es nicht gestattet, das Buch oder Teile daraus auf fotomechanischem Weg (Fotokopie, Mikrokopie) zu vervielfältigen.

1. Auflage, 2008

Gedruckt auf säurefreiem Papier

978-3-86727-624-5

## VORWORT

Diese Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Verfahrenstechnik der Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Dr.h.c. Dieter Mewes danke ich für die Möglichkeit, an seinem Institut zu promovieren und für die Freiheit, meine Arbeit dabei sehr weitreichend selbst zu gestalten. Besonders danke ich ihm dafür, dass er mir auch das Amt des Oberingenieurs des Instituts übertragen hat. Diese Zeit hat meinen Horizont erweitert und mich mit geprägt, und die gewonnenen Erfahrungen kommen mir heute zugute.

Frau Prof. Dr.-Ing. Andrea Luke danke ich für die Übernahme des Koreferats, und Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Lothar Schulze danke ich für die Übernahme des Vorsitzes der Prüfungskommission.

Mein großer Dank gilt allen Mitarbeitern des Instituts – den anderen wissenschaftlichen Mitarbeitern ebenso wie der Institutswerkstatt und auch den administrativen Mitarbeitern. Für die vorliegende Arbeit und auch für meine Tätigkeit als Oberingenieur hat sowohl die hervorragende Zusammenarbeit in fachlichen Belangen als auch die gegenseitige Unterstützung und das Vertrauen in persönlichen und menschlichen Dingen vieles sehr erleichtert. Einige Personen werden mir besonders im Gedächtnis bleiben. Diese werden wissen, dass ich Ihnen besonders verbunden bin, auch wenn ich die Namen hier nicht aufzähle.

Ich danke auch den Studierenden, die an meiner Arbeit mitgewirkt haben. Ihre kreativen Problemlösungen haben zum Gelingen wesentlich beigetragen.

Meinen Eltern danke ich für die Unterstützung und die Möglichkeiten, die sie mir im Leben gegeben haben, und für die Freiheit, meinen Weg stets selbst zu wählen und zu gestalten.

Meiner Frau Jenny und meinem Sohn Hannes danke ich für die Geduld während zahlreicher Überstunden und dafür, dass sie mich immer wieder in kürzester Zeit auf ganz andere Gedanken gebracht haben. Sie haben es mir leicht gemacht, meine Arbeit auch mit etwas Abstand betrachten zu können.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danke ich für die finanzielle Förderung meiner Arbeit.

Wedemark, im Juni 2008

## KURZFASSUNG

Behling, Martin

### **Messen der lokalen Phasenanteile in dreiphasig betriebenen Blasensäulen mit Hilfe der Dual-Energie Röntgentomographie**

In chemischen und biotechnologischen Prozessen werden Blasensäulen für unterschiedliche Aufgaben eingesetzt. Es handelt sich um mit Flüssigkeit befüllte zylindrische Apparate, die häufig mit Hilfe eines im Sumpfquerschnitt befindlichen Verteilerbodens begast sind. Der in ihnen aufsteigende Blasen-schwarm besitzt eine große Phasengrenzfläche, so dass derartige Apparate für den Stoffaustausch zwischen den Phasen oder als chemische Reaktoren Verwendung finden. Zusätzlich zur zweiphasigen Durchströmung mit Gasen und Flüssigkeiten können in letzterer als dritte Phase partikelförmige Feststoffe suspendiert sein. In biotechnologischen Prozessen dient der Feststoff als Biomasse. In chemischen Reaktoren nehmen feste Partikeln häufig an der Reaktion als Reaktanden teil oder dienen als Katalysatoren. Der erzielbare Stoffumsatz hängt u.a. von der zur Verfügung stehenden Phasengrenzfläche und der lokalen Phasenverteilung ab. In dreiphasigen Systemen verursachen die suspendierten festen Partikeln eine gegenüber zweiphasigen Systemen veränderte Blasenwechselwirkung bei Koaleszenz und Zerfall. Diese Vorgänge sind für dreiphasige Systeme bisher nur unzureichend experimentell untersucht. Es fehlen daher wichtige Informationen, wenn es darum geht, Berechnungsverfahren zum Dimensionieren dreiphasig betriebener Blasensäulen zu entwickeln. Im Rahmen der vorliegenden experimentellen Arbeit werden mit Hilfe einer dreiphasig betriebenen Blasensäule die lokalen Phasenanteile von Gas, Flüssigkeit und Feststoff gemessen. Dazu wird ein Röntgentomograph der dritten Generation verwendet. Dieser durchstrahlt die Blasensäule aus unterschiedlichen Richtungen mit Hilfe eines fächerförmigen Röntgenstrahls. Die Abschwächung der einzelnen Strahlen wird gemessen. Aus diesen Ergebnissen werden die lokalen Phasenanteile in der jeweiligen Messebene rekonstruiert. Die Messungen erfolgen mit Hilfe der Dual-Energie-Röntgentomographie. Dabei wird Röntgenstrahlung mit zwei unterschiedlichen Wellenlängen eingesetzt. Im Gegensatz zur monochromatischen Röntgenstrahltomographie ermöglicht es diese Technik, drei Phasen zu unterscheiden und ihre querschnittsbezogenen Profile zu rekonstruieren.

**Stichworte:** Röntgentomographie, Computertomographie, CT, Blasensäule, dreiphasig, nicht-invasiv

## ABSTRACT

Behling, Martin

### **Dual-Energy x-ray tomographic measurement of local phase fractions in 3-phase bubble columns**

Bubble columns are used for various applications in chemical and biotechnological processes. They are cylindrical apparatuses filled with a liquid, in which a gas is dispersed for instance through a sparger plate at the bottom of the column. The rising bubble swarm offers a large phase interface area, hence such apparatuses are used for mass transfer between the phases or as chemical reactors. Particulate solids can be suspended as a third phase additionally to the two-phase flow of gases and liquids. The solid acts as the biomass in biotechnological processes. In chemical reactors solid particles take part in the reaction as a reactant or act as catalysts.

The throughput which can be attained in a bubble column significantly depends on the available phase interface area and the local phase distribution. These in turn are influenced by the processes of bubble coalescence and decay. The suspended solid particles in three-phase systems modify these interactions of bubbles compared to two-phase systems. For three-phase systems, these processes are examined experimentally only insufficiently. Therefore important information is missing when it comes to developing mathematical methods for three-phase bubble columns.

In this experimental work, the local phase fractions of gas, liquid and solid are measured in a three-phase bubble column. A third generation x-ray tomograph is used for this purpose. It radiates through the bubble column in various directions with a fan-shaped X-ray beam. The attenuation of the particular X-ray beams is measured. The local phase fractions in the respective measurement plane are reconstructed based on these attenuation measurements. The dual-energy X-ray tomography technique is applied for measuring the X-ray projections. In this technique X-rays with two different wavelengths are used subsequently. This dual-energy technique allows to distinguish all three phases and to determine their radial profiles, which cannot be achieved by monochromatic X-ray tomography.

**Keywords:** X-ray tomography, computertomography, CT, bubble column, three-phase, non-invasive

# INHALTSVERZEICHNIS

<b>Kurzfassung</b>	<b>IV</b>
<b>Abstract</b>	<b>V</b>
<b>Inhaltsverzeichnis</b>	<b>VI</b>
<b>Formelzeichen</b>	<b>IX</b>
<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2. Ziele der Arbeit</b>	<b>2</b>
<b>3. Stand der Forschung</b>	<b>4</b>
3.1 Mehrphasige Strömungsfelder in Blasensäulen.....	4
3.2 Experimentelle Ergebnisse zu dreiphasig betriebenen Blasensäulen....	7
<b>4. Grundlagen der tomographischen Messtechnik</b>	<b>16</b>
4.1 Röntgenstrahlung .....	16
4.1.1 Erzeugung.....	17
4.1.2 Wechselwirkung mit Materie .....	21
4.1.3 Lambert-Beer'sches Gesetz.....	23
4.2 Röntgendiagnostik .....	25
4.2.1 Radiographie.....	26
4.2.2 Radon-Transformation.....	27
4.2.3 Röntgentomographie.....	29

---

4.2.4	Rekonstruktionsverfahren .....	31
4.2.5	Dual-Energie Technik .....	42
<b>5.</b>	<b>Aufbau der Versuchsanlage</b>	<b>47</b>
<b>6.</b>	<b>Messtechnik: Röntgentomograph</b>	<b>52</b>
6.1	Aufbau des Röntgentomographen .....	52
6.1.1	Röntgenquelle .....	55
6.1.2	Röntgendetektor .....	57
6.1.3	Strahlanordnung .....	60
6.1.4	Winkelmessung .....	61
6.2	Durchführung der Messungen und Bilderzeugung.....	63
6.2.1	Normierung der Messsignale .....	67
6.2.2	Abhängigkeit der Röntgenleistung von der Temperatur .....	74
6.2.3	Transformation von Fächer- zu Parallel-Projektionen .....	79
6.3	Berechnung lokaler Phasenanteile: Dual-Energie Algorithmus .....	81
6.3.1	Graphische Repräsentation: Kalibrierdreieck .....	82
6.3.2	Einfluss der Temperatur der Versuchsmedien.....	86
6.3.3	Wahl der Beschleunigungsspannungen der Röntgenröhre.....	87
6.4	Auflösung.....	90
6.5	Artefakte.....	91
6.5.1	Ringartefakte .....	92

6.5.2	Aufhärungsartefakte .....	95
<b>7.</b>	<b>Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen</b>	<b>99</b>
7.1	Fluidisieren der Feststoffpartikeln .....	99
7.2	Messung lokaler Phasenanteile.....	104
7.2.1	Zweiphasig betriebene Blasensäule.....	105
7.2.2	Dreiphasig betriebene Blasensäule .....	109
<b>8.</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>114</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>116</b>

## FORMELZEICHEN

### Lateinische Symbole

<u>Symbol</u>	<u>Einheit</u>	<u>Bedeutung</u>
a, b	-	Koeffizienten der Geradengleichung der Detektorpixel
a, b	m	Strecken im Kalibrierdreieck
c	m/s	Lichtgeschwindigkeit
$c_0$	m/s	Lichtgeschwindigkeit im Vakuum $c_0 = 299.792.458 \text{ m/s}$ [64]
d	m	Wegstrecke, Länge, Schichtdicke, Durchmesser
E	J, eV	Energie
f	Hz, 1/s	Frequenz
f	-	Feldfunktion
F	-	Fourier-Transformierte der Feldfunktion, Frequenzspektrum
h	Js	Planck'sches Wirkungsquantum $h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$ [64]
h	-	Filterfunktion, Faltungskern
h	m	Höhe der Messebene über dem Lochboden der Blasensäule
I	A	elektrische Stromstärke
I	W/m <sup>2</sup>	Intensität der Röntgenstrahlung
$I_0$	W/m <sup>2</sup>	ungeschwächte Intensität der Röntgenstrahlung
j	m/s	Volumenstromdichte
k	-	Einfluss der Temperatur auf die Röntgenleistung
n	-	Anzahl
N	-	Kantenlänge des Rekonstruktionsgitters, Pixelanzahl
r	m	radiale Position
$r^*$	-	dimensionslose radiale Position, $r^* = r/R$
R	m	Innenradius der Blasensäule

---

s	m	Ortskoordinate in Projektionsrichtung
S	m	gesamter Strahlweg in Projektionsrichtung
S	-	Schwächung
S	-	Detektor-Signal
S	m	Brennfleck-Durchmesser der Röntgenquelle
SDD	m	Abstand Brennfleck - Detektor
SL	-	Filterfunktion (im Frequenzbereich)
t	s	Zeit
T	°C, K	Temperatur
$U_0$	kV	Beschleunigungsspannung der Röntgenquelle
v	m/s	Geschwindigkeit
x, y, z	m	Ortskoordinaten
z	-	Grauwert (eines Bildpunkts)

### Griechische Symbole

<u>Symbol</u>	<u>Einheit</u>	<u>Bedeutung</u>
$\alpha$	-	Phasenanteil
$\alpha$	1/K	Längenausdehnungskoeffizient
$\delta$	m	Kantenlänge eines Bildpunkts
$\Phi$	-	Projektionswert
$\eta$	Pa s	(dynamische) Viskosität
$\vartheta$	°	Winkel der Projektion
$\lambda$	m	Wellenlänge
$\mu$	1/cm	linearer Röntgenschwächungskoeffizient
$\mu^*$	cm <sup>2</sup> /g	Massenschwächungskoeffizient
$\nu$	1/s	Koordinate im Frequenzbereich (Fourier-Transformation)
$\rho$	g/cm <sup>3</sup>	Dichte
$\xi$	m	Ortskoordinate quer zur Projektionsrichtung

## Indices

<u>Symbol</u>	<u>Bedeutung</u>
1, 2	Messung 1, 2 bzw. Wellenlänge 1, 2
*	normiert
$\infty$	nach langer Zeit, im stationären Zustand
A, B, C	Phase A, B, C
a	außen
f	gefiltert
i	innen
i	Index des Projektionswerts/-strahls, Detektorpixel, Zählindex
j	Index des Gitterelements, Zählindex
kin	kinetisch
Luft	Luft
max	maximal
min	minimal
m, n	Index der Projektion, Zählindex
Partikel	Partikel
Photon	Röntgenphoton, Röntgenquant
PVC	PVC
t	zum Zeitpunkt t
Wasser	Wasser

## Kennzahlen

$$\text{Re} \equiv \frac{dv\rho}{\eta} \text{ Reynolds-Zahl}$$



## 1. EINLEITUNG

Blasensäulen sind senkrecht stehende zylindrische Apparate, in denen als kontinuierliche Phase eine Flüssigkeit vorliegt. Eine gasförmige Phase wird im Sumpf der Blasensäule in der Flüssigkeit dispergiert. Infolge von Auftriebskräften steigen die Gasblasen in der Flüssigkeit auf, das Gas entweicht am Kopf der Blasensäule. Durch die große Oberfläche zwischen der flüssigen und der gasförmigen Phase werden Gas und Flüssigkeit während der Verweilzeit der Blasen in der Flüssigkeit intensiv in Kontakt gebracht. Blasensäulen werden daher in der chemischen Industrie in großer Anzahl als Apparate für den Stoffaustausch und als Reaktoren für eine Vielzahl unterschiedlicher Prozesse eingesetzt.

Durch die aufsteigenden Blasen wird für höhere Volumenstromdichten des Gases eine stark turbulente Strömung der Flüssigkeit in der Blasensäule hervorgerufen. Dadurch ist die Durchmischung in der Blasensäule sehr gut, was hohe Wärme- und Stoffaustauschraten zur Folge hat. Ein weiterer Vorteil von Blasensäulen ist der einfache und damit kostengünstige konstruktive Aufbau. Durch das vollständige Fehlen beweglicher Bauteile sind Blasensäulen kaum störungsanfällig und sehr wartungsarm.

Eine Sonderform stellen die dreiphasig betriebenen Blasensäulen dar, in denen als dritte Phase partikelförmiger Feststoff in der Flüssigkeit suspendiert ist und durch die Gas- und Flüssigkeitsströmung herumgewirbelt wird. Zum besseren Fluidisieren der Feststoffpartikeln wird der durch die Gasblasen hervorgerufenen Strömung häufig eine aufwärtsgerichtete Strömung der Flüssigphase überlagert. Die häufigsten Varianten dreiphasig betriebener Blasensäulen sind chemische Reaktoren mit partikelförmigem Katalysator und Bioreaktoren, in denen die Biomasse auf der Oberfläche von Immobilisationspartikeln siedelt.

## 2. ZIELE DER ARBEIT

Der in Blasensäulen erzielbare Stoffaustausch und Reaktionsumsatz hängt wesentlich von der für den Stoffübergang zur Verfügung stehenden Phasengrenzfläche, der Durchmischung und der Verweilzeit der Gasblasen während des Aufstiegs durch die Flüssigkeit ab. Trotz der einfachen Konstruktion der Blasensäule bilden sich durch die aufsteigenden Gasblasen sehr komplexe Strömungsformen aus, die auf analytischem Weg nicht vorhersagbar sind. Für niedrige Volumenstromdichten stellt sich in der Blasensäule die homogene Strömungsform mit vergleichsweise enger Verweilzeitverteilung der Blasen in der Flüssigkeit ein. Über den ganzen Querschnitt der Blasensäule wird gleichmäßiger Aufstieg der Gasblasen beobachtet. Für industriell relevante hohe Volumenstromdichten des Gases stellt sich allerdings die turbulente heterogene Strömungsform ein, für die Blasenkoaleszenz und -zerfall die Strömung in der Blasensäule dominieren. Es bildet sich ein zentraler Blasenschwarm aus Großblasen, die in der Mitte der Blasensäule spiralförmig sehr schnell aufsteigen. In Wandnähe bilden sich aus Kontinuitätsgründen abwärts gerichtete Strömungsbereiche, in denen Gasblasen mit der abwärts strömenden Flüssigkeit nach unten gerissen werden. Die Verweilzeitverteilung ist wesentlich breiter als für die homogene Strömungsform.

In der Vergangenheit erfolgte die Dimensionierung von Blasensäulen in der Regel mit Hilfe von empirischen Gleichungen, die auf Messergebnissen an Modellblasensäulen im Labormaßstab beruhen. Probleme ergeben sich z.B. beim Scale-Up vom Labormaßstab in industrielle Größenordnungen, da sich in unterschiedlich großen Blasensäulen prinzipiell andere Strömungsformen ausbilden können. Ziel der aktuellen Entwicklung ist daher die Formulierung physikalisch begründeter Gleichungssysteme zur mathematischen Beschreibung der Vorgänge in Blasensäulen. Mit Hilfe dieser Gleichungssysteme und der Betriebsparameter projektierter Blasensäulen soll eine genauere Vorhersage der