

$$\frac{F''}{F} - \left[\frac{F'}{F} \right]^2 = \frac{\overline{C}''}{\overline{C}'} - \left[\frac{\overline{C}'}{\overline{C}'} \right]^2 \bigg|_E^A = \frac{M^2, s^*}{M^0, s^*} - \left[\frac{M^1, s^*}{M^0, s^*} \right]^2 \bigg|_E^A \quad (2.49)$$

$$\frac{d^N}{ds^* N} \left[\frac{F'}{F} \right] = \frac{d^N}{ds^* N} \left[\frac{\overline{C}'}{\overline{C}'} \right] \bigg|_E^A \quad (2.50)$$

die zur Formulierung folgender Zielfunktion herangezogen werden:

$$\varphi(F) = \sum_{n=1}^N \int_{s^*=0}^{\infty} \left[\frac{d^n}{ds^{*n}} \left[\frac{F'_{GM}(s^*)}{F_{GM}(s^*)} \right] - \frac{d^n}{ds^{*n}} \left[\frac{F'(s^*, F)}{F(s^*, F)} \right] \right]^2 \cdot ds^* \quad (2.51)$$

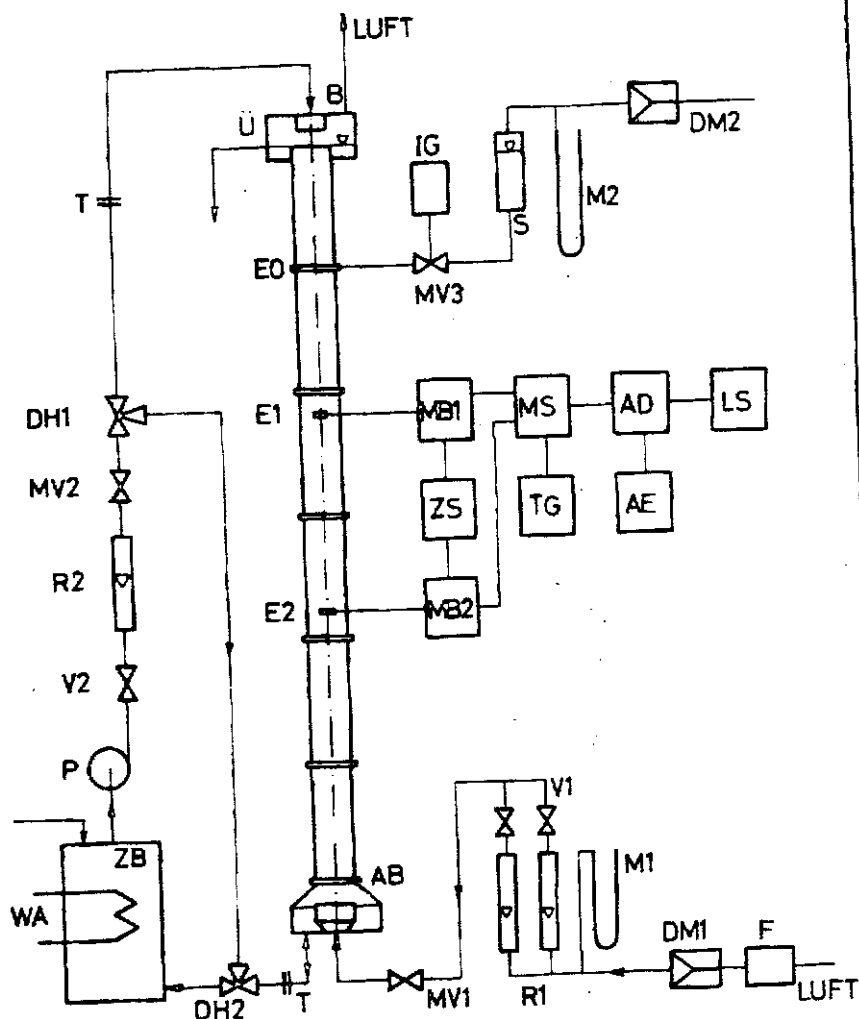
Die Parameterermittlung durch Regressionsanalyse kann entweder durch Berechnung von N verschiedenen gewichteten Momenten für einen festen Wert von s^* erfolgen oder durch Berechnung eines einzigen Momentes für N verschiedene s^* -Werte oder durch eine Kombination dieser beiden Methoden [12, 15]. Eine Beurteilung der verschiedenen Auswertmethoden und Gewichtsfunktionen für die Meßwerte findet man bei BÖCKES [17], ANDERSSON [13, 18] und JOHNSON [19].

3. Versuchsdurchführung und Auswertung

3.1 Die Versuchsanordnung

Die halbtechnische Versuchsanlage ist in Abb.6 schematisch dargestellt. Der Reaktor besteht aus dem Anströmboden (AB) (Einzelheiten dieser Werkstattkonstruktion: Abb.7), fünf Abschnitten aus Acrylglas mit einem Innendurchmesser von 14 cm und jeweils einer Länge von 76 cm sowie einer Überlauf bei Gleichstrom oder ersatzweise einer Brausenführung (B) für die Flüssigkeitsphase bei Gegenstrombetrieb.

Abb.6 Anlagenanordnung



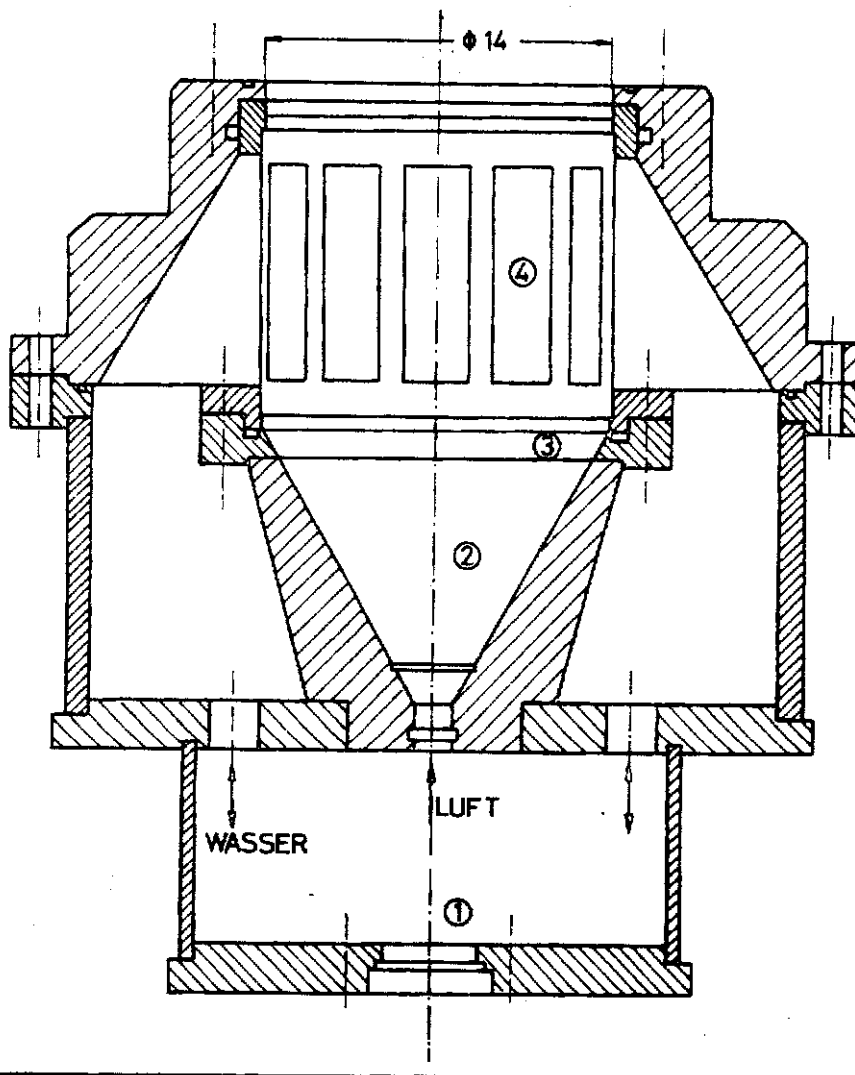
AB ANSTRÖMBODEN
AD A-D-WANDLER
AE ADRESSIEREINHEIT
DM REDUZIERVENTIL
EO SPURSTOFFZUGABE
LS LOCHSTREIFENSTANZER
WA WÄRMEAUSTAUSCHER
E PLATINELEKTRODE

ZS ZWEIKANALSCHREIBER
MS MEßSTELLENUMSCHALTER
S SPURSTOFFBEHÄLTER
T THERMOMETER
DH DREHWEGEHAHN
MV MAGNETVENTIL
Ü ÜBERLAUF
P KREISELPUMPE
IG IMPULSGEBER

ZB BEHÄLTER
V VENTIL
B BRAUSE
F FILTER
M MANOMETER
R ROTAMETER
TG TAKTGEBER
MB MEßBRÜCKE

Abb.7 Anströmboden

- ① EINBAU F. LUFT- U. WASSERZUFUHR
- ② TRICHTER F. GLASKUGELN
- ③ LOCHPLATTE
- ④ DRAHTGEWEBE



Die dem Preßluftnetz mit $p = 6 \text{ atm}$ entnommene Luft durchströmt zur Ölabscheidung den Filter (F) und wird durch das Reduzierventil (DM1) auf einen Druck von $p = 1 \text{ atm}$ entspannt, der am U-Rohrmanometer (M1) abgelesen wird. Der mit den Ventilen (V1) am Rotametersystem (R1) eingestellte Luftdurchsatz kann durch das Magnetventil (MV1) unterbrochen werden. Die der Säule über den Anströmboden (AB) zugeführte Luft verläßt den Reaktor am Brausenkopf (B). Vor dem Gasverteiler befindet sich ein Anströmrichter, der zur gleichmäßigen Begasung der Säule mit Glaskugeln von 3 mm Durchmesser gefüllt ist. Als Anströmboden dient eine 1 mm dicke Edelstahl-Lochplatte mit einer freien Querschnittsfläche von 0,25 % (Bohrungsdurchmesser der Löcher 0,5 mm).

Als Flüssigkeitsphase wird Leitungswasser benutzt, das je nach Stellung der Dreiwegehähne (DH1, DH2) im Gleich- oder Gegenstrom zur Luft in den Reaktor eingeleitet werden kann. Der Betrieb kann kontinuierlich oder im Umlauf erfolgen. Bei der Gegenstrom-Umlauf-Apparatur wird das Wasser vom Zwischenbehälter (ZB) mit Hilfe der Kreiselpumpe (P) über den Brausenkopf (B) der Säule zugeführt. Von dort strömt es durch den Ringspalt des Anströmbodens wieder in den Behälter zurück, in dem zur Einstellung einer konstanten Temperatur im Wasserkreislauf ein Wärmetauscher (WA) eingebaut ist. Die in konzentrischen Kreisen angeordneten Düsen an der Brause erlauben eine über den Säulenquerschnitt gleichmäßige Wasserverteilung. Der Durchsatz der flüssigen Phase, deren Temperatur am Reaktoreintritt und -austritt (T) gemessen wird, wird mit dem Ventil (V2) am Rotameter (R2) eingestellt. Das Magnetventil (MV2) gestattet eine plotzliche Unterbrechung des Flüssigkeitsstromes.

Beim Dreiphasensystem werden als dritte feste Phase Glashohlkugeln (MICROBALLONS FT 102 der Firma EMERSON & CUMING, Vertretung: Köln) mit einer Dichte von $\rho_F = 0,21 \text{ g/cm}^3$ und einem Korngrößenbereich zwischen 125 μm und 250 μm eingesetzt. Bei Wasserbenetzung beträgt die Dichte $\rho_F = 0,28 \text{ g/cm}^3$. Im Anströmboden (AB) verhindert ein auf einem

perforierten Zylinder befestigtes Drahtgewebe mit einer lichten Maschenweite von 100 μm das Austragen der Glaskugeln aus dem Reaktor und bewirkt außerdem ein gleichmäßiges Aufsteigen der Gasblasen.

Das Testsignal wird als nichtidealer δ -Impuls bei Gegenstromtrieb an der Stelle EO der Flüssigkeitsphase zugegeben. Dabei muß darauf geachtet werden, daß die durch die Aufgabe des Eingangssignals verursachte Störung in der Reaktionszone keine Verfälschung der Meßergebnisse an den Elektroden (E1) und (E2) hervorruft. Deshalb ist die Eingabevorrichtung von der ersten Meßstelle so weit entfernt, damit die durch das Testsignal bewirkten Turbulenzen nach kurzer Meßzeit geglättet sind und somit an den Meßstellen nur die Systemigenschaften erfaßt werden. Die Einspritzvorrichtung besteht aus einem sich in der Reaktorachse befindenden Kupferzylinder, dessen Mantelfläche mit einer Anzahl von Löchern versehen ist, so daß eine gleichmäßige Verteilung des Spurstoffes in der Querschnittsfläche EO erzielt wird. Als Markierungssubstanz dient eine 20%-ige Kochsalzlösung, die in einem Spurstoffbehälter aus Acrylglas (S) aufbewahrt wird. Der in dem Gefäß existierende Druck von $p = 1 \text{ atm}$ wird mit dem Reduzierventil (DM2) an dem U-Rohrmanometer (M2) eingestellt. Die Erzeugung eines Impulssignals erfolgt durch ein über einen Impulsgeber (IG) gesteuertes Magnetventil (MV3). Die Schaltzeit beträgt je nach Versuchsbedingungen zwischen 0,3 und 1,0 sec.

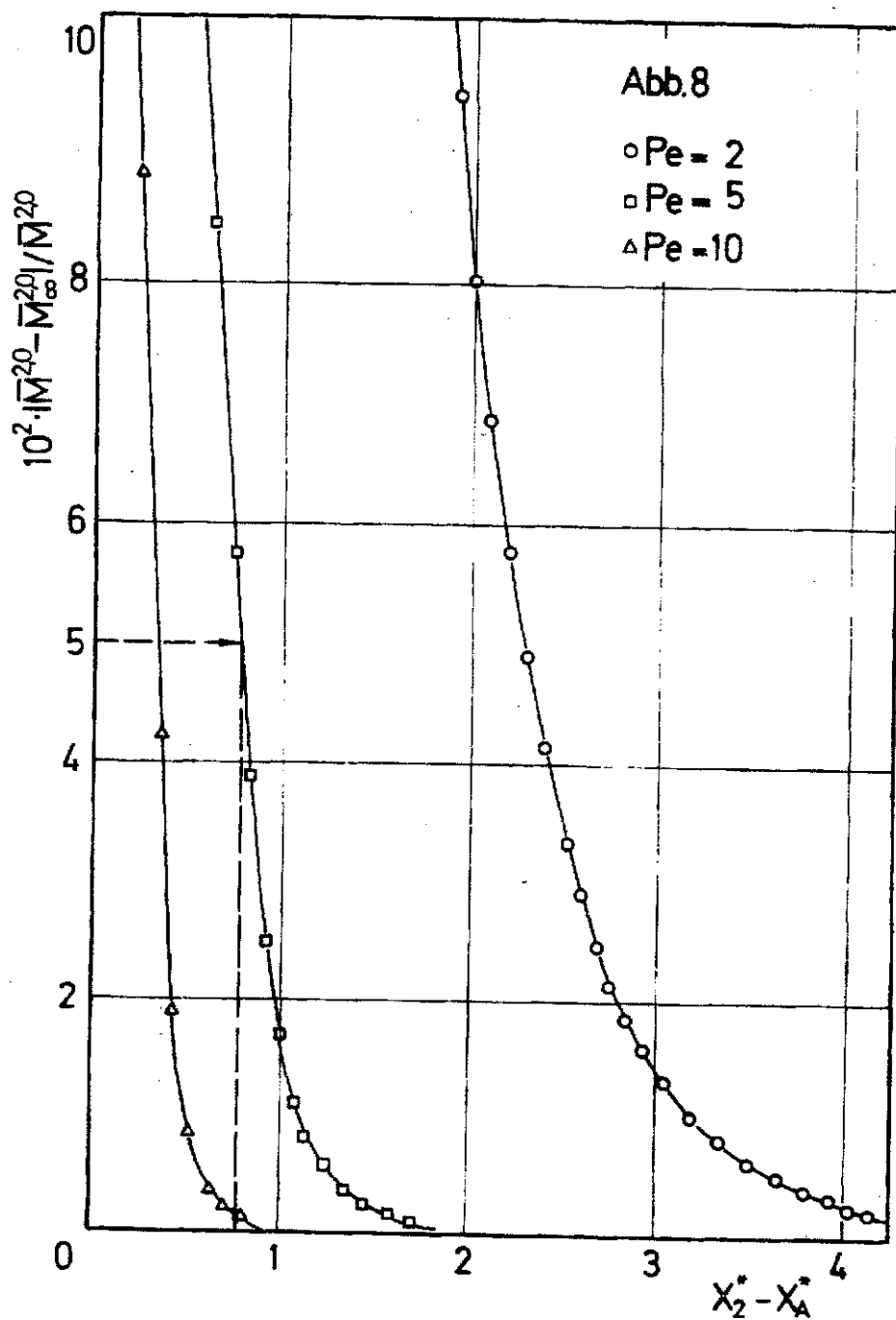
Die Antworten auf das bei EO aufzugebene Signal werden mit Hilfe zweier Meßzellen (E1, E2), deren Abstand $L = 100 \text{ cm}$ beträgt, registriert. Die zur Leitfähigkeitsmessung notwendigen Elektroden bestehen jeweils aus zwei im Abstand von 3 mm parallelen Platinblechen mit einer Oberfläche von 1 cm^2 . Beide Elektroden sind zum Schutz gegen das Eindringen von Gasblasen und Feststoffteilchen von einem Edelstahl Drahtgewebe mit einer lichten Maschenweite von 100 μm umgeben. Zur Leitfähigkeitsmessung werden zwei Wechselstrom-Meßbrücken (MB1, MB2) verwendet, die über abgeschirmte Kabel mit den Elektroden und einem Zweikanal-Kompensationsschreiber (ZS) verbunden sind.

Die Gleichspannungssignale aus den beiden Meßbrücken werden dem Meßstellenumschalter (MS) zugeführt, der vom Taktegeber (TG) mit Geschwindigkeiten zwischen einer und zwölf Abfragen pro Sekunde angesteuert werden kann. Der Analog-Digital-Wandler (AD) wandelt das relative, analoge Antwortsignal der Meßbrücken in einen mit einem Vorzeichen versehenen, vierstelligen Ziffernwert um. Diese Werte werden über eine Treibereinheit auf eine Lochstreifenstanze (LS) gegeben, die die Meßreihen im 8-Kanal-Code ASCII auf Lochstreifen stanzt. Mit Hilfe der Adressiereinheit (AE) kann jede Meßreihe mit einem Anfangszeichen, einer vierstelligen Adressnummer und einem Endzeichen gekennzeichnet werden. Zur Versuchsauswertung mittels von in FORTRAN IV geschriebenen Programmen wird jede Meßreihe als eine Datei auf Magnetbandern gespeichert.

Da die beiden Meßstellen (E1, E2) in einem endlichen Reaktor angeordnet sind, zur Berechnung der Modellparameter aber ein beidseitig unendlich ausgedehntes System angenommen wird, muß ein bestimmter Abstand des Detektors (E2) vom Anströmboden eingehalten werden, damit ein vorgegebener Fehler nicht überschritten wird. Als relativer Fehler wird $|\bar{M}_{\infty}^{2,0} - \bar{M}_{\infty}^{2,0}|/\bar{M}_{\infty}^{2,0} = 0,05$ gewählt, wobei $\bar{M}_{\infty}^{2,0}$ das zweite ungewichtete, normierte Zentralmoment für das halbunendliche System bedeutet und $\bar{M}_{\infty}^{2,0}$ das analoge für das beidseitig unendliche System [20]. Diese beiden Momente gewinnt man dadurch, daß man die LAPLACE-Transformation für die entsprechenden Bilanzgleichungen und deren Ableitungen nach s^* in (2.49) einsetzt und anschließend den Grenzwert $s^* \rightarrow 0$ bildet.

$$\bar{M}_{\infty}^{2,0} = \frac{M_{\infty}^{2,0}}{M_{\infty}^{0,0}} - \left[\frac{M_{\infty}^{1,0}}{M_{\infty}^{0,0}} \right]^2 \bigg|_E = \frac{A}{Pe} \quad (3.1)$$

$$\bar{M}_{\infty}^{2,0} = \frac{2}{Pe} + \frac{1}{Pe^2} \cdot \exp[-Pe(x_2^* - x_A^*)] \cdot \{ 4[\exp(-Pe) - 1] -$$



$$4Pe(x_2^* - x_A^*) + [\exp(-2Pe) - 1] \exp[-Pe(x_2^* - x_A^*)] + \\ 4Pe(x_2^* - x_A^* + 1) \cdot \exp(-Pe) \quad (3.2)$$

Hierbei bedeutet $(x_2^* - x_A^*)$ der mit $L = x_A - x_E$ normierte Abstand des Detektors (E2) von der Lochplatte. Für $x_2^* \rightarrow \infty$ ergibt sich aus (3.2) wiederum Gleichung (3.1). In Abb.9 ist für das axiale Dispersions-Pfropfenströmungsmodell der relative Fehler in Abhängigkeit von $x_2^* - x_A^*$ für verschiedene Pe-Zahlen dargestellt. Man entnimmt diesem Diagramm, daß bei einem vorgegebenen Fehler von 5% für eine zu erwartende PÉCLET-Zahl $Pe = 5$ die Entfernung $x_2^* - x_A^*$ das 0,8-fache des Meßstellenabstandes betragen muß.

3.2 Die Ermittlung des relativen Gasanteils

Zur Beschreibung des Strömungszustandes wird neben den Modellparametern der mittlere, relative Gasanteil im Reaktor ermittelt. Der Gasanteil, der im allgemeinen von den geometrischen Parametern (Reaktordurchmesser d , Bohrungsdurchmesser der Lochplatte), den Betriebsbedingungen (Flüssigkeitsdurchsatz $\dot{V}_L$ und Gasdurchsatz $\dot{V}_G$) und den Stoffwerten (Dichten ρ_L und ρ_G , Oberflächenspannung σ) abhängt, stellt ein grobes Maß für die volumenbezogene Phasengrenzfläche zwischen Flüssigkeit und Gas dar. Diese Austauschfläche zwischen den Phasen ist entscheidend für die Intensität des Wärme- und Stoffaustausches und bei einer im Reaktor stattfindenden Reaktion für den Umsatz und die Leistung [21].

Der relative Gasanteil wird in der Weise gemessen, daß nach Einstellung der Betriebshöhe H_B (diese beträgt bei Gegenstrom 380 cm, bei Gleichstrom 439,5 cm) der Gas- und Flüssigkeitsdurchsatz mit Hilfe der beiden Magnetventile (MV1) und (MV2) unterbrochen wird (die Schaltzeit des Ventils (MV1) beträgt 40 μ s, die des Ventils (MV2) 0,3 s).

Mit den sich dadurch ergebenden Ruheshöhen für die Flüssigkeit H_L und für den Feststoff H_F wird der Gasanteil mittels folgender Beziehung bestimmt:

$$\epsilon_G = (H_B - H_L - H_F)/H_B \quad (3.3)$$

Bei dieser Gleichung wird angenommen, daß der Gasanteil über die gesamte Säulenhöhe konstant ist. Die Gültigkeit dieser Annahme wird mit der von REITH [22] verwendeten Meßmethode für den relativen Gasanteil eines Zweiphasensystems überprüft. Dabei wird der Flüssigkeitsstand H in fünf, parallel zur Säule angeordneten Glasröhrchen abgelesen, die in verschiedenen Abständen ($x = 13/89/165/241/317$ cm) vom Anströmboden mit dem Reaktor verbunden sind. Der sich an der Stelle $x = 0$ (Lochplatte) einstellende Flüssigkeitsstand ist identisch mit der Ruheshöhe H_L für die Flüssigkeit. Die Steigung an einer beliebigen Stelle x des für einen bestimmten Gasdurchsatz $\dot{V}_G$ ermittelten Kurvenzuges $H - H_L = f(x)$ liefert gemäß der Beziehung

$$\epsilon_G = dH/dx \quad (3.4)$$

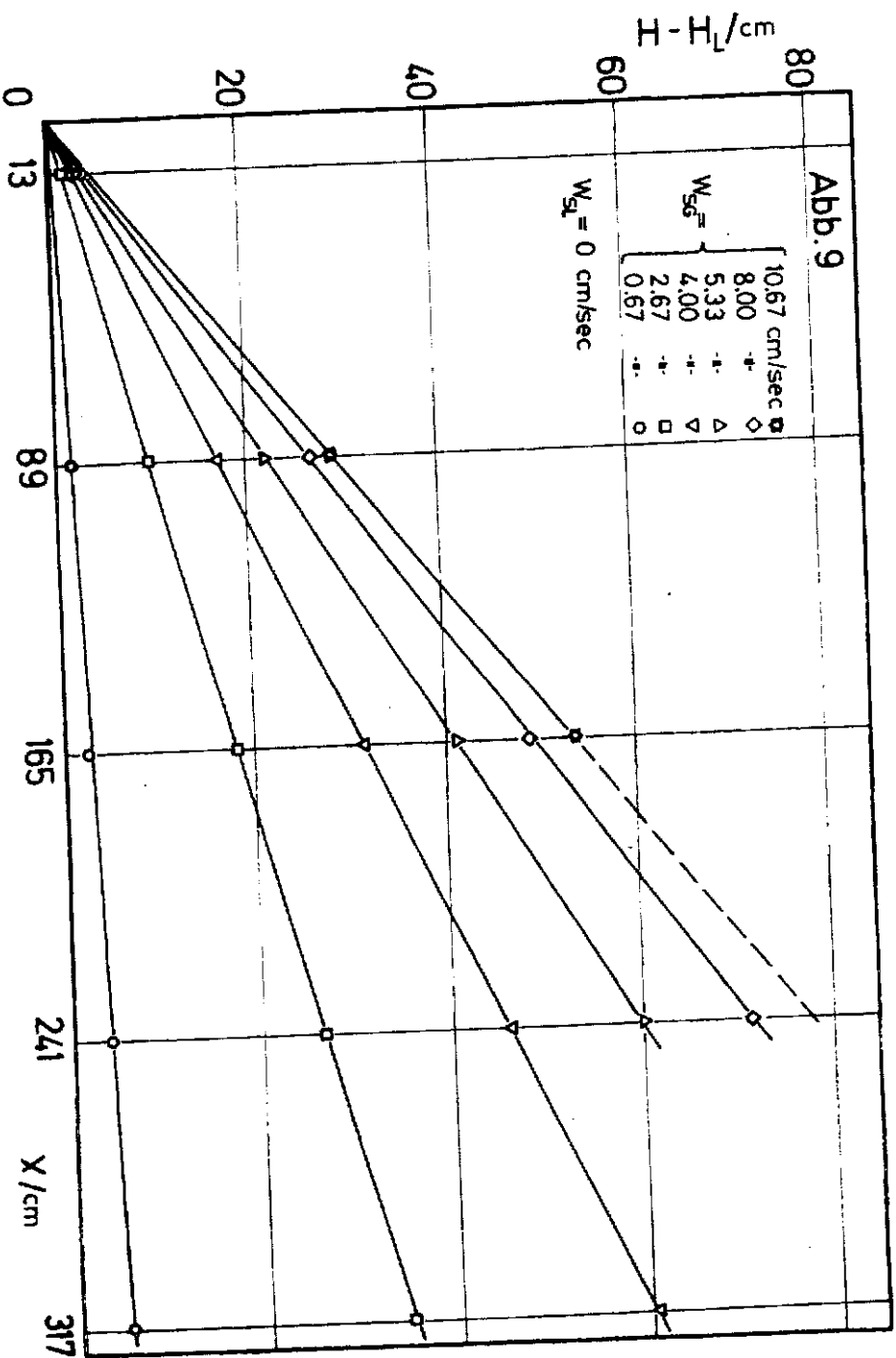
den lokalen relativen Gasanteil. Da sämtliche, für verschiedene Gasdurchsätze durchgeführten Messungen eine annähernd lineare Beziehung zwischen $H - H_L$ und x ergeben (Abb.9), ist die Annahme eines über die Säulenhöhe konstanten Gasanteils gerechtfertigt.

Mit der von NICKLIN [23] angegebenen Gleichung

$$\epsilon_G = \frac{w_{SG}}{w_G} = \frac{w_{SG}}{w_{SG} \pm w_{SL} + w_A} \quad (3.5)$$

erfolgt die Ermittlung des Gasanteils bei ruhender Flüssigkeit (Leerrohrgeschwindigkeit der Flüssigkeit $w_{SL} = 0$ cm/sec)

Abb. 9



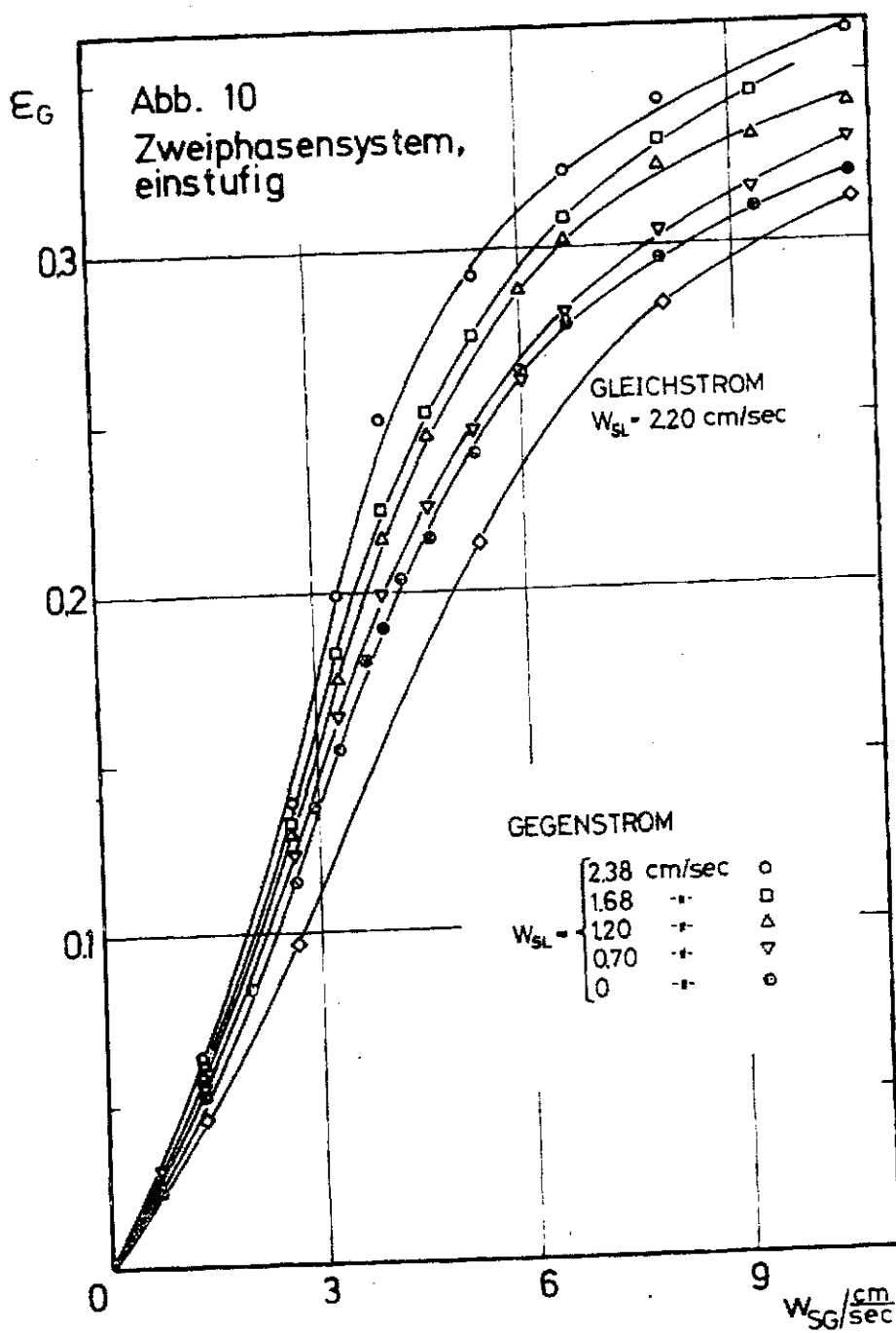
durch Messung der nur vom Auftrieb abhängigen Blasenauftiegs-
geschwindigkeit w_A . Dies geschieht dadurch, daß die Gaszufuhr
plötzlich unterbrochen wird. Für die sich dabei ausbildende
Trennfläche zwischen Blasenschwarm und Flüssigkeit wird die
Zeit für die zurückgelegte Strecke vom Anströmboden bis zur
Ruhehöhe H_L gemessen. Bei bekannter Leerrohrgeschwindigkeit
des Gases $w_{SG} = \dot{V}_G/A$ kann ϵ_G mit Hilfe von (3.5) berechnet
werden. Das Vorzeichen für w_{SL} in (3.5) kennzeichnet den
Gleich- oder Gegenstrombetrieb.

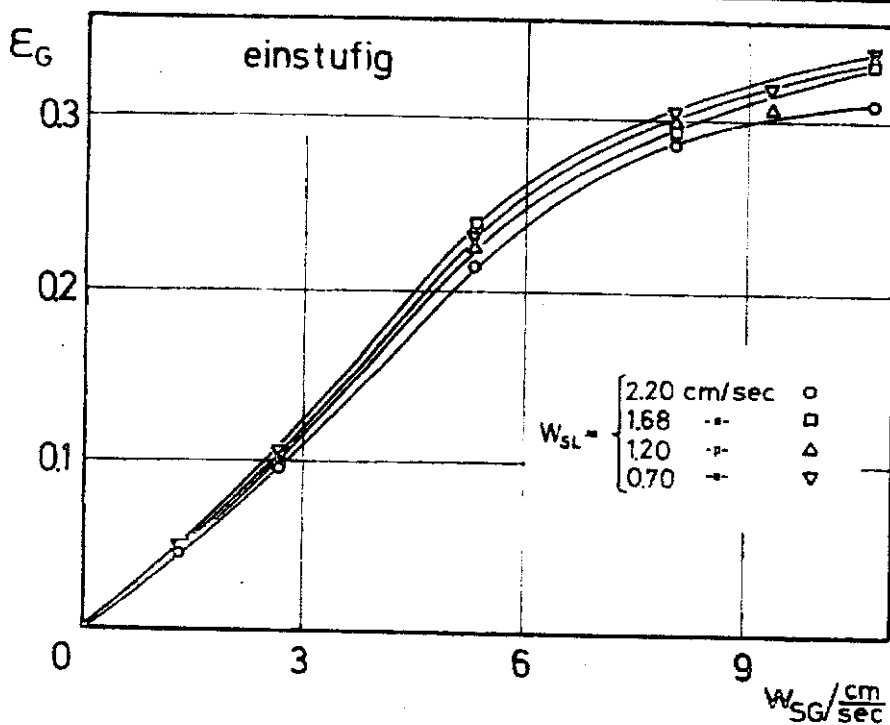
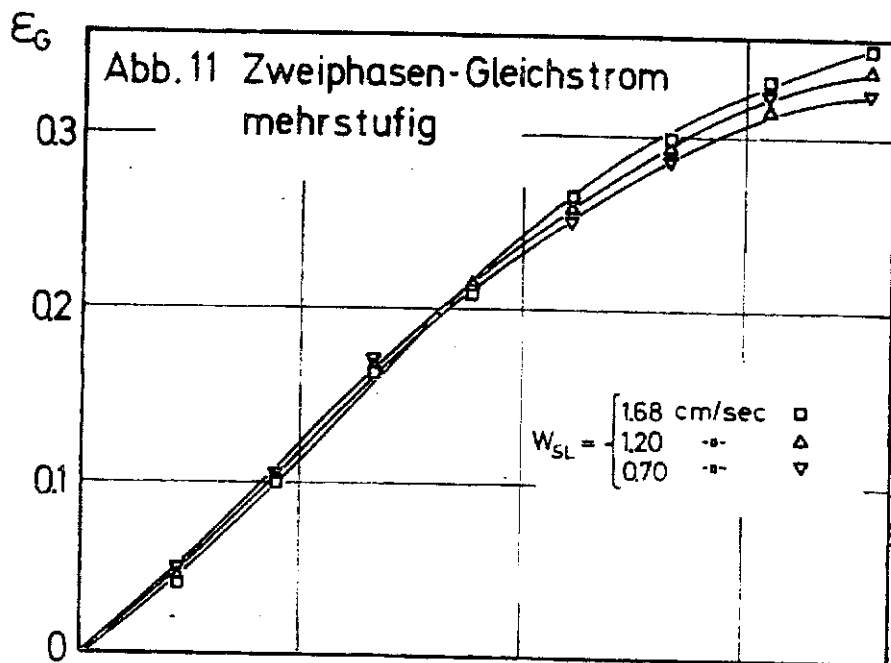
Der Gas- oder der Flüssigkeitsanteil kann auch durch
Auswertung von Verweilzeitverteilungskurven bestimmt werden.
Nach Berechnung der mittleren Verweilzeit $\bar{\tau}$ ergibt sich für
den Flüssigkeitsanteil

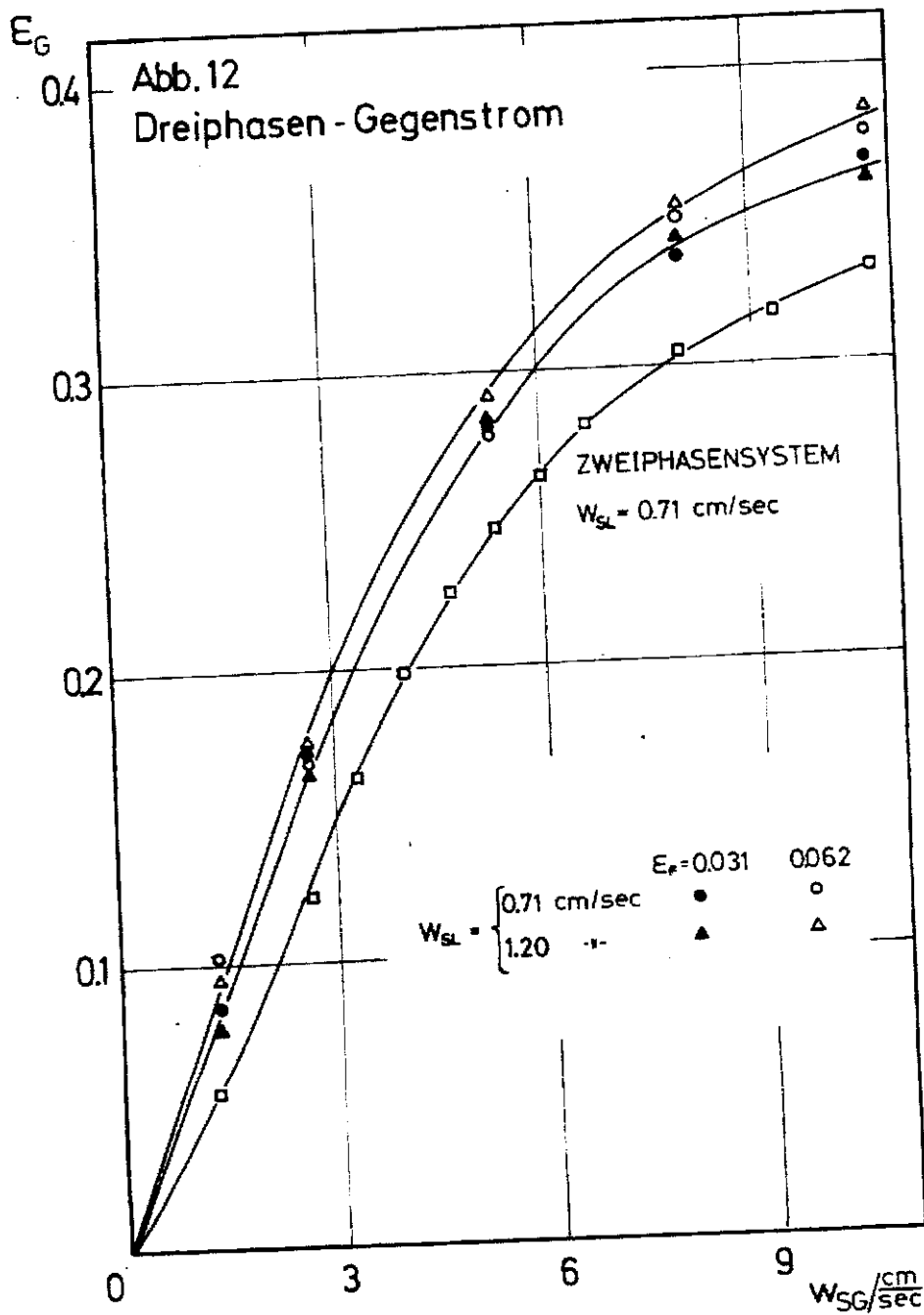
$$\epsilon_L = \bar{\tau} \cdot w_{SL} / L \quad (3.6)$$

wobei w_{SL} die auf das Leerrohr bezogene Flüssigkeitgeschwin-
digkeit bedeutet.

Bei sämtlichen Gasanteilmessungen, deren Ergebnisse in
den Abb. 10, 11 und 12 dargestellt sind, wird die instationäre
Bestimmungsmethode nach Gleichung (3.3) angewandt. Ein Teil
dieser Werte wird mit Hilfe der anderen Meßmethoden über-
prüft. Der Gasdurchsatz wird für die bei einer Wassertempe-
ratur von $T = 20^\circ\text{C}$ stattfindenden Messungen zwischen $\dot{V}_G =$
0,25 - 4,0 Nm^3/h variiert (lineare Gasgeschwindigkeit $w_{SG} =$
0,67 - 10,67 cm/sec bei einer Querschnittsfläche der Säule
von $A = 153,94 \text{ cm}^2$). Der Flüssigkeitsdurchsatz liegt zwischen
 $\dot{V}_L = 390 - 1320 \text{ l/h}$ (lineare Flüssigkeitgeschwindigkeit
 $w_{SL} = 0,70 - 2,38 \text{ cm/sec}$). Als Feststoffmengen werden $m_F =$
0/0,5/1,0 kg eingesetzt. Die Dichte der Glashohlkugeln ist
ungefähr fünfmal so niedrig wie die des Wassers. Deshalb
werden sie zur gleichmäßigen Verteilung im Reaktor nur im
Gegenstrombetrieb bei einer oberen Geschwindigkeitsgrenze
von $w_{SL} = 1,20 \text{ cm/sec}$ verwendet.







Da die Luft-Rotameter (R1) für die stoffspezifische Einheit Nm^3/h bei einer Temperatur von $T = 20^\circ\text{C}$ und einem Druck von $p = 1,0832 \text{ atm}$ geeicht wurden, der Betriebsdruck mit dem Reduzierventil (DM1) aber auf $p = 2 \text{ atm}$ eingestellt wird, muß sowohl eine Druckkorrektur als auch eine Umrechnung von Nm^3/h auf m^3/h vorgenommen werden. Daraus ergibt sich ein Korrekturfaktor von $K = 1,48$, mit dem jeder am Rotametersystem (R1) abgelesene Wert zu multiplizieren ist.

Für alle Systeme ergeben die Gasanteilmessungen eine deutliche Abhängigkeit von der Leerrohrgeschwindigkeit des Gases w_{SG} . Der relative Gasgehalt nimmt mit steigendem Gasdurchsatz bis $w_{\text{SG}} = 4 \text{ cm/sec}$ fast linear zu und scheint dann einem konstanten Wert zuzustreben. Beim Zweiphasen-Gegenstromsystem ist der Einfluß der Flüssigkeitgeschwindigkeit auf den Gasanteil relativ gering (Abb.10), bei der mehrstufigen Gleichstromanlage (Abb.11) und auch beim Dreiphasensystem (Abb.12) ist er kaum zu erkennen. Der Abb.10 entnimmt man, daß der relative Gasanteil beim Gegenstrombetrieb mit zunehmendem Flüssigkeitsdurchsatz ansteigt, beim Gleichstromverfahren dagegen abnimmt. Dieses Verhalten läßt sich wahrscheinlich dadurch erklären, daß die effektive Gasgeschwindigkeit w_G infolge der zur Luft im Gegenstrom geführten Flüssigkeit geringer wird. Beim Gleichstrombetrieb tritt der entgegengesetzte Effekt auf. Deshalb ergibt sich nach Gleichung (3.5) mit steigendem Flüssigkeitsdurchsatz bei Gegenstrom ein größerer relativer Gasanteil als bei Gleichstrom.

Da sich beim Dreiphasensystem durch den Feststoffein-
satz die mittlere Dichte

$$S_M = S_G \cdot \epsilon_G + S_L \cdot \epsilon_L + S_P \cdot \epsilon_P \quad (3.7)$$

im Reaktor erhöht, wird dem Blasenschwarm ein größerer Widerstand entgegengesetzt. Dadurch wird die vom Auftrieb abhängige Blasenauftiegs-
geschwindigkeit w_A und damit die effektive Gasgeschwindigkeit w_G so verringert, daß der Gasanteil gemäß (3.5) zunimmt. Da die Dichte der Luft S_G wesentlich geringer ist als die des Wassers, kann der erste Term in (3.7)

vernachlässigt werden. Eine theoretische Analyse des relativen Gasanteils mit einer experimentellen Überprüfung für vertikale Zwei- und Dreiphasenströmungen wird von BHAGA [24,25] beschrieben. Einen besseren Einblick in das Verhalten eines Blasenschwarms gewinnt man durch die Darstellungen der effektiven Gasgeschwindigkeit w_G oder der Relativgeschwindigkeit w_R zwischen Gas und Flüssigkeit als Funktion von w_{SG} (Abb.13, 14, 15).

3.3 Die relative Geschwindigkeit zwischen Gas- und Flüssigkeitsphase

Die Relativgeschwindigkeit zwischen Gas- und Flüssigkeitsphase ist folgendermaßen definiert:

$$w_R = \frac{w_{SG}}{\epsilon_G} \pm \frac{w_{SL}}{\epsilon_L} = w_G \pm w_L \quad (3.8)$$

Hierbei bedeutet w_L die effektive Flüssigkeitgeschwindigkeit, das Vorzeichen für w_L charakterisiert den Gegenstrom- oder Gleichstrombetrieb. Bei ruhender Flüssigkeitssäule ist die Relativgeschwindigkeit mit w_G identisch. Kombiniert man die von NICKLIN [23] angegebene Gleichung (3.5) mit (3.8), so erhält man eine sowohl für die Gegenstrom- als auch für die Gleichstromanlage geltende Beziehung

$$w_R = w_A / (1 - \epsilon_G) \quad (3.9)$$

Die mit Hilfe von (3.8) berechneten relativen Geschwindigkeiten werden mit (3.9) überprüft. Dabei stimmen die auf diese beiden Arten erhaltenen Ergebnisse nur bis zu einer linearen Geschwindigkeit von $w_{SG} = 5$ cm/sec annähernd überein.

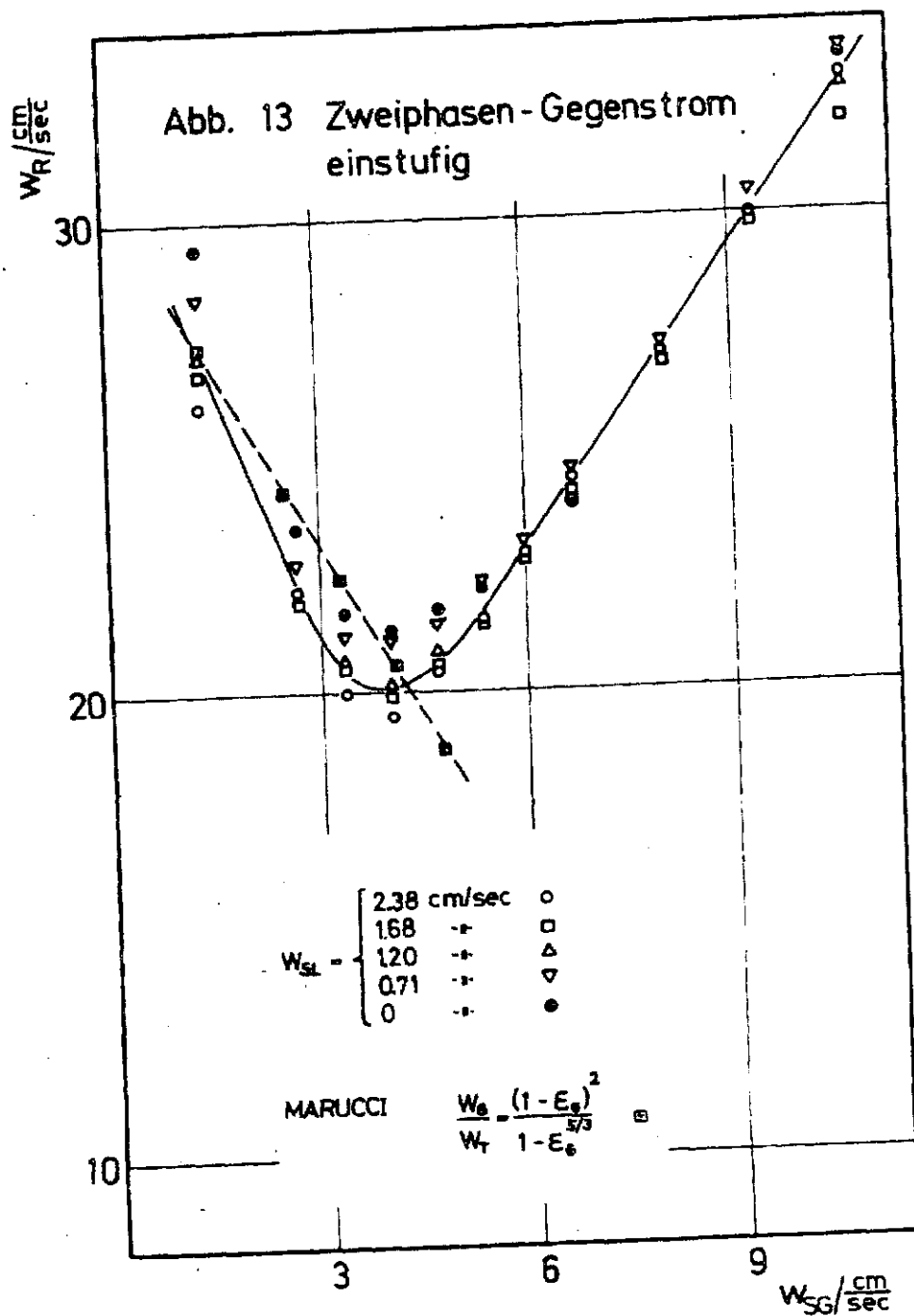
In Abb.13 ist für das einstufige Zweiphasen-Gegenstromsystem die Relativgeschwindigkeit als Funktion von w_{SG} für

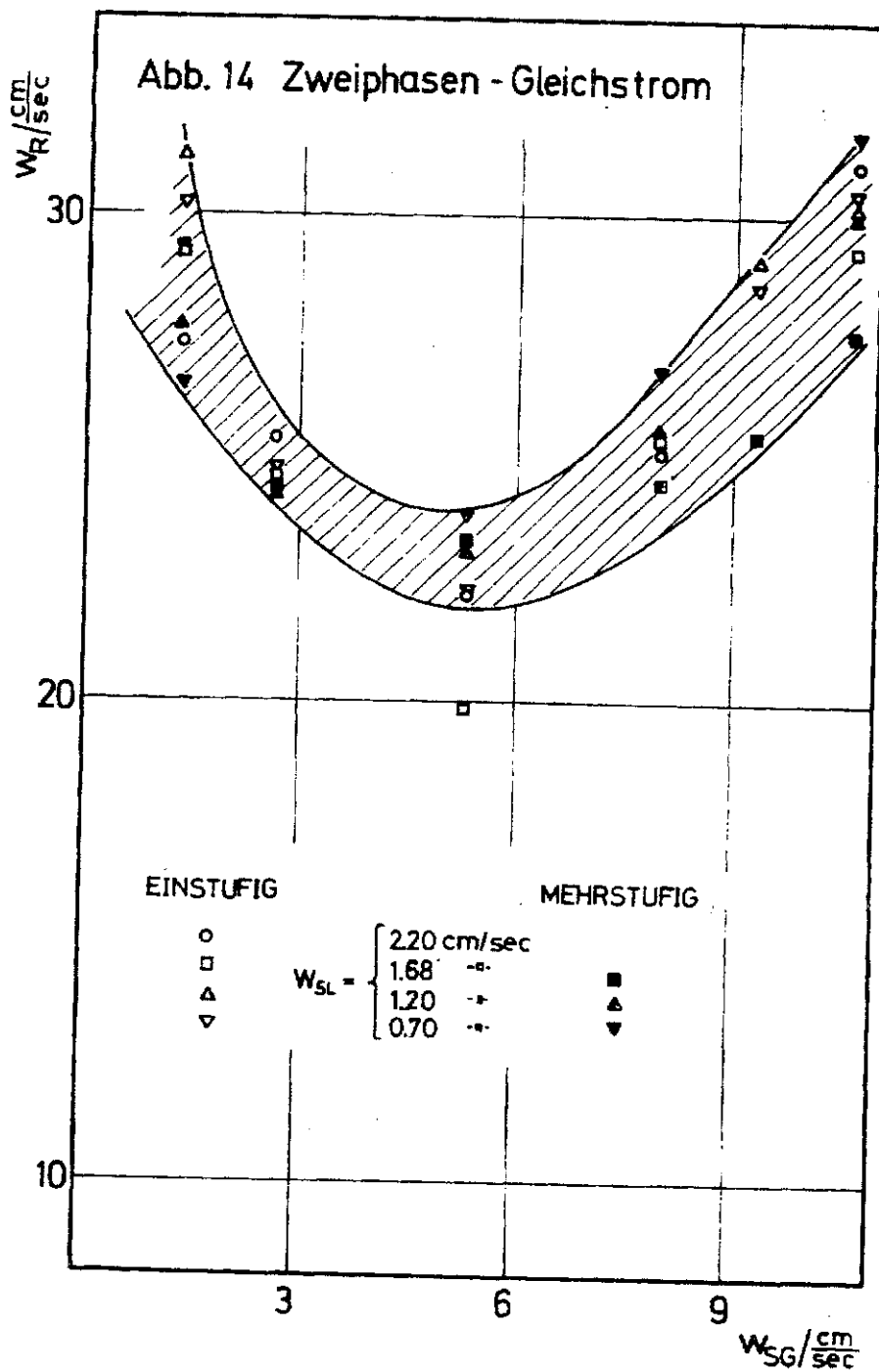
verschiedene Leerrohrgeschwindigkeiten der Flüssigkeit dargestellt. Man erkennt deutlich zwei Bereiche. Im ersten Abschnitt bis $w_{SG} = 4$ cm/sec nimmt die relative Geschwindigkeit mit ansteigender Leerrohrgeschwindigkeit des Gases linear ab, während im zweiten Abschnitt ein linearer Anstieg mit wachsendem Gasdurchsatz festzustellen ist. Das Minimum stimmt ungefähr mit der Stelle in Abb.10 überein, bei der die Gasanteilskurve $\epsilon_G = f(w_{SG})$ von der Linearität abweicht. Der Einfluß der Leerrohrgeschwindigkeit der Flüssigkeit auf die Relativgeschwindigkeit ist gering. Der Kurvenverlauf $w_G = f(w_{SG})$ für ein Zweiphasensystem mit ruhender Flüssigkeit stimmt mit dem von NICKLIN [23], ANDERSON [26] und KOLBEL [27] ermittelten überein.

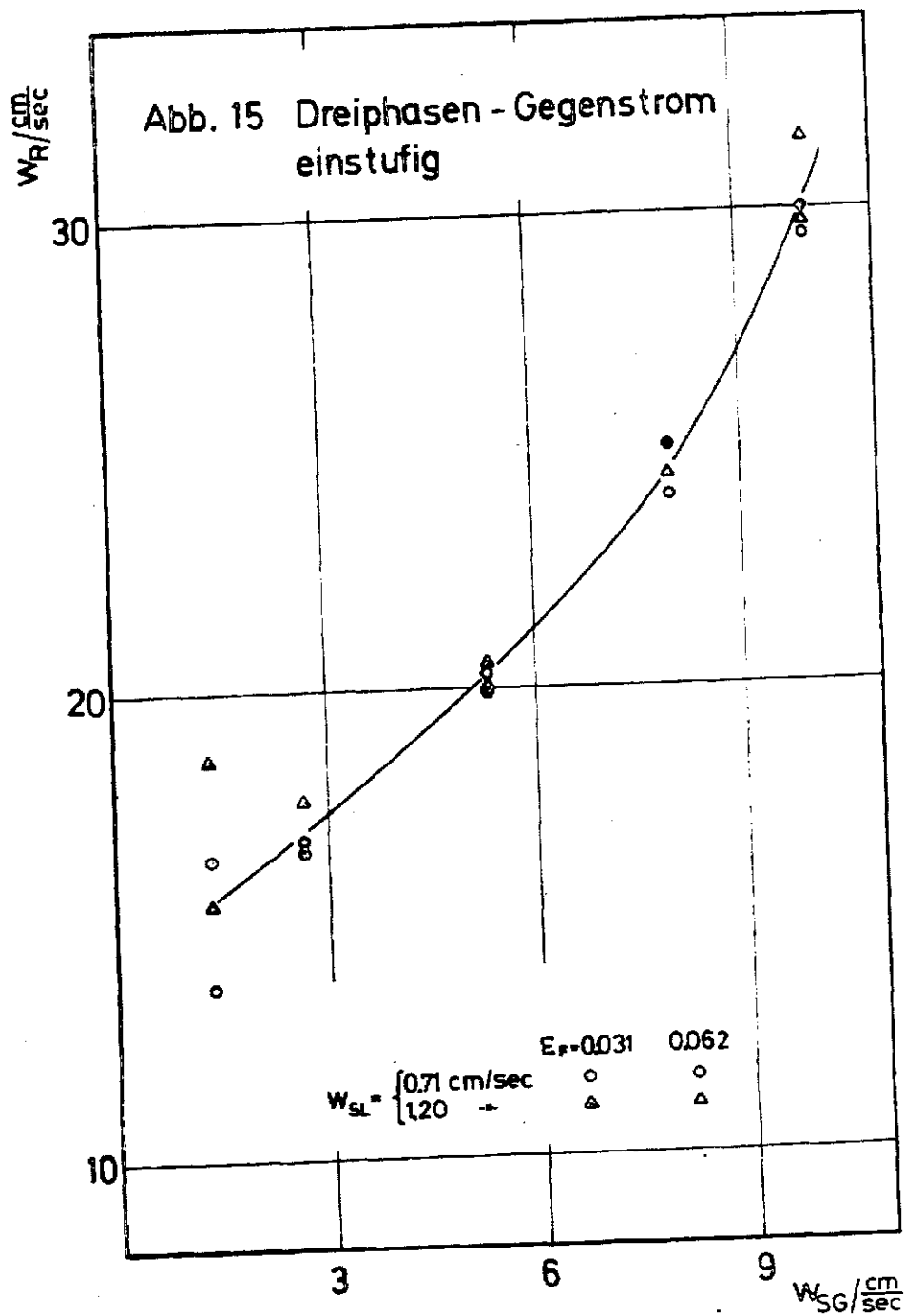
Im Bereich des linearen Kurvenabfalls besitzen die fast geradlinig aufsteigenden Blasen Durchmesser von annähernd gleicher Größenordnung. Da mit steigendem Gasdurchsatz die Blasenanzahl pro Volumeneinheit wächst, werden infolge des größeren Widerstands für den Blasenauftieg die effektive Gasgeschwindigkeit und auch die Relativgeschwindigkeit abnehmen. Nach einer weiteren Erhöhung des Gasdurchsatzes wird die Aufstiegsgeschwindigkeit durch Ausbildung von größeren Blasen zunehmen. Deshalb wird in diesem Gebiet der erhöhten Koaleszenz der Gasanteil nicht in dem Maße anwachsen wie bei geringen Gasdurchsätzen. Die Meßergebnisse werden mit der von MARUCCI [28] für ein wirbelfreies Strömungsfeld angegebenen Beziehung

$$\frac{w_G}{w_T} = \frac{(1 - \epsilon_G)^2}{1 - \epsilon_G^{5/3}} \quad (3.10)$$

verglichen. Die Aufstiegsgeschwindigkeit w_T einer Einzelblase kann durch Extrapolation des linken Kurvenabschnittes in Abb.13 nach $w_{SG} = 0$ cm/sec bestimmt werden. Das Ergebnis von $w_T = 30$ cm/sec wird durch Messung der Aufstiegsgeschwindigkeit für eine im Reaktor erzeugte Einzelblase bestätigt.







Da Gleichung (3.10) nur für geringe Gasdurchsätze und unter Annahme eines kugelförmigen Zellenmodells mit Teilchen gleicher Größenordnung abgeleitet wurde, wird nur der lineare Kurvenabfall bis zum Minimum annähernd durch diese Beziehung beschrieben.

In Abb. 14 ist für das einstufige und mehrstufige Zweiphasen-Gleichstromsystem und in Abb. 15 für das Dreiphasen-Gegenstromsystem die Relativgeschwindigkeit für verschiedene lineare Flüssigkeitsgeschwindigkeiten in Abhängigkeit von der Leerrohrgeschwindigkeit des Gases dargestellt. Während beim Zweiphasensystem sämtliche Meßwerte durch einen schraffiert gezeichneten Bereich eingegrenzt werden (Abb. 14), können die beim Dreiphasensystem für verschiedene Flüssigkeitsgeschwindigkeiten und Feststoffkonzentrationen erzielten Ergebnisse durch einen einzigen Kurvenzug beschrieben werden (Abb. 15). Der Kurvenverlauf $w_R = f(w_{SG})$ für die Gleichstromanlage entspricht ungefähr dem für den Zweiphasen-Gegenstrombetrieb. Allerdings ist der Einfluß des Flüssigkeitsdurchsatzes auf w_R stärker ausgeprägt, und das Minimum ist zu einer höheren Leerrohrgeschwindigkeit des Gases verschoben.

Beim einstufigen Dreiphasen-Gegenstromsystem nimmt die Relativgeschwindigkeit stetig mit steigendem Gasdurchsatz zu. Es existiert im Gegensatz zum Zweiphasensystem nur ein einziger Bereich. Die geringen relativen Geschwindigkeiten bei kleinen Leerrohrgeschwindigkeiten des Gases lassen sich wahrscheinlich durch die Zunahme der mittleren Dichte infolge des Feststoffsinsatzes und dem dadurch bedingten größeren Widerstand für den Blasenaufstieg erklären. Aus diesem Grund erhält man eine niedrige effektive Gasgeschwindigkeit und daraus resultierend einen erhöhten relativen Gasanteil. Eine weitere mögliche Erklärung für den beim Dreiphasensystem größeren Gasgehalt mag in der Veränderung des Blasendurchmessers durch die Zugabe der Glashohlkugeln liegen.

3.4 Die Bestimmung der Modellparameter mit Hilfe vier ausgewählter Auswertmethoden

3.4.1 Die Momentenmethode

Die aus Massenbilanzen hergeleiteten Modellgleichungen (2.15) und (2.27) enthalten Parameter, die mit den Momenten der Gewichtsfunktion $G(\theta, \bar{F})$ über die Beziehung (2.42) verknüpft sind. Die normierten Momente zwischen den beiden Modellen für das axiale Dispersions-Pfropfenstromungsmodells und das allgemeine Zellenmodell mit Rückströmung erhält man folgendermaßen: Die LAPLACE-transformierte Konzentrationsverteilung $\bar{C}^*(s^*, \bar{F})$ und deren Ableitungen $\bar{C}^{(N)}(s^*, \bar{F})$ werden in (2.50) eingesetzt. Anschließend bildet man den Grenzübergang $s^* \rightarrow 0$. Für das erste Nullmoment $\bar{M}_{\Sigma}^{1,0}$, das zweite und das dritte Zentralmoment $\bar{M}_{\Sigma}^{2,0}$ und $\bar{M}_{\Sigma}^{3,0}$ ergibt sich für den beidseitig unendlich ausgedehnten Fall des Dispersionsmodells:

$$\bar{M}_{\Sigma}^{1,0} = \frac{\bar{M}^{1,0}}{\bar{M}^{0,0}} \bigg|_E^A = 1 \quad (3.11)$$

$$\bar{M}_{\Sigma}^{2,0} = \frac{\bar{M}^{2,0}}{\bar{M}^{0,0}} - \left[\frac{\bar{M}^{1,0}}{\bar{M}^{0,0}} \right]^2 \bigg|_E^A = \frac{2}{Pe} \quad (3.12)$$

$$\bar{M}_{\Sigma}^{3,0} = \frac{\bar{M}^{3,0}}{\bar{M}^{0,0}} - 3 \cdot \frac{\bar{M}^{2,0} \cdot \bar{M}^{1,0}}{(\bar{M}^{0,0})^2} + 2 \left[\frac{\bar{M}^{1,0}}{\bar{M}^{0,0}} \right]^3 \bigg|_E^A = \frac{12}{Pe^2} \quad (3.13)$$

Alle Momente sind über dem nullten Moment $\bar{M}^{0,0}$ normiert. Analog erhält man für das Zellenmodell mit Rückfluß

$$\bar{E}_{\Sigma}^{1,0} = 1 \quad (3.14)$$

$$\bar{E}_{\Sigma}^{2,0} = (1 + 2B)/N \quad (3.15)$$

$$\bar{E}_{\Sigma}^{3,0} = 2 \cdot [1 + 6B \cdot (1 + B)] / N^2 \quad (3.16)$$

Die Parameter β und N dieses Modells lassen sich nur dann aus den normierten Zentralmomenten $\bar{M}_{\Sigma}^{2,0}$ und $\bar{M}_{\Sigma}^{3,0}$ berechnen, wenn nach Berücksichtigung der beiden Grenzfälle $\beta = 0$ und $\beta = \infty$ die Bedingung

$$2 < \bar{M}_{\Sigma}^{3,0} / (\bar{M}_{\Sigma}^{2,0})^2 < 3 \quad (3.17)$$

erfüllt ist. Für $\beta = \infty$ gewinnt man aus (3.15) und (3.16) die Zentralmomente für die ideale Rührkesselkaskade.

Um die Ergebnisse des Dispersionsmodells mit denen des allgemeinen Zellenmodells vergleichen zu können, muß eine Relation zwischen den Parametern Pe , N und β ermittelt werden. Dieser Zusammenhang ist gegeben entweder durch Übereinstimmung der zweiten Zentralmomente (3.12) und (3.15) oder der aus den beiden Modellen berechneten Konzentrationen am Reaktorausgang. Da nach DECKWER [29] bei geringen Zellenzahlen die Verweilzeitverteilungen beider Modelle trotz gleicher Zentralmomente nicht identisch sind, scheint ein Vergleich beider Modelle durch Gleichsetzen der Ausgangskonzentration günstiger sein.

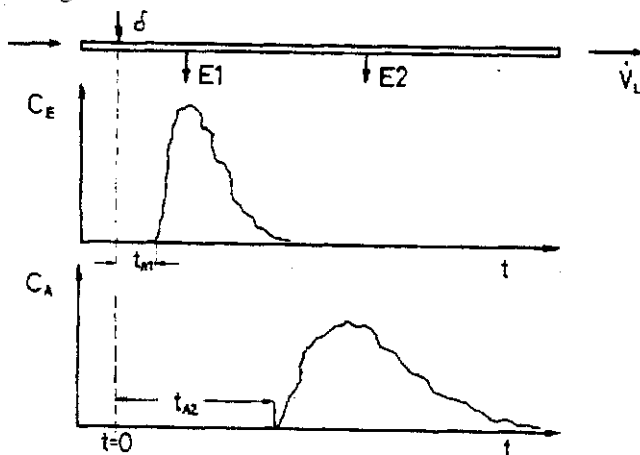


Abb. 16: Konzentrationsverteilungen an den Meßstellen E1 und E2.

Die linke Seite der Gleichungen (3.11) - (3.13) wird aus den an den Meßstellen E1 und E2 aufgezeichneten Konzentrationsverteilungen $C_E = C(t, x=0)$ und $C_A = C(t, x=L)$ bestimmt (Abb.16). Als Bezugspunkt für den Beginn der Auswertung wird der Augenblick gewählt, wenn der Spurstoff dem System stromaufwärts zugegeben wird. Zur Berechnung der Integrale I_0 , I_1 , I_2 und I_3 in den Gleichungen (3.18) - (3.21)

$$M^{0,0} = \int_{\theta=0}^{\infty} C^*(\theta) \cdot d\theta = \frac{1}{C_0 \bar{t}} \int_{t=0}^{\infty} C(t) \cdot dt = \frac{1}{C_0 \bar{t}} \cdot I_0 \quad (3.18)$$

$$M^{1,0} = \int_{\theta=0}^{\infty} C^*(\theta) \cdot \theta \cdot d\theta = \frac{1}{C_0 \bar{t}^2} \int_{t=0}^{\infty} C(t) \cdot t \cdot dt = \frac{1}{C_0 \bar{t}^2} \cdot I_1 \quad (3.19)$$

$$M^{2,0} = \int_{\theta=0}^{\infty} C^*(\theta) \cdot \theta^2 \cdot d\theta = \frac{1}{C_0 \bar{t}^3} \int_{t=0}^{\infty} C(t) \cdot t^2 \cdot dt = \frac{1}{C_0 \bar{t}^3} \cdot I_2 \quad (3.20)$$

$$M^{3,0} = \int_{\theta=0}^{\infty} C^*(\theta) \cdot \theta^3 \cdot d\theta = \frac{1}{C_0 \bar{t}^4} \int_{t=0}^{\infty} C(t) \cdot t^3 \cdot dt = \frac{1}{C_0 \bar{t}^4} \cdot I_3 \quad (3.21)$$

wird die Trapezregel angewendet. Dabei wird die gemessene Konzentrationsverteilungskurve $C(t)$ durch eine Anzahl von Geradenabschnitten angenähert (Abb.17), die die nacheinanderfolgenden Punkte (C_{i-1}, t_{i-1}) , (C_i, t_i) und (C_{i+1}, t_{i+1}) miteinander verbinden.

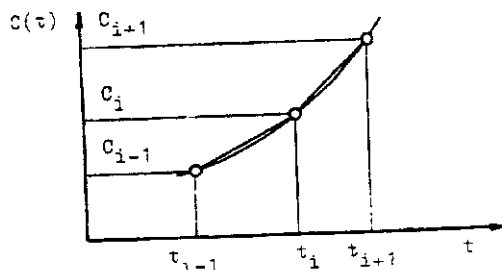


Abb.17: Annäherung der gemessenen Antwortfunktion durch Geradenabschnitte.

Bei der Bestimmung von I_1 , beispielsweise gilt für das Segment zwischen t_{i+1} und t_i

$$I_1 \Big|_i^{i+1} = \int_{t_i}^{t_{i+1}} C(t) \cdot t \cdot dt \quad (3.22)$$

wobei $C(t)$ die Gerade $C(t) = a_1 \cdot t + b_1$ mit der Steigung

$$a_1 = (C_{i+1} - C_i) / (t_{i+1} - t_i) \quad (3.23)$$

und dem Ordinatenabschnitt

$$b_1 = (t_{i+1} \cdot C_i - t_i \cdot C_{i+1}) / (t_{i+1} - t_i) \quad (3.24)$$

darstellt. Eine Summation aller Segmente unter Verwendung von (3.23) und (3.24) ergibt folgendes Integral, das analytisch gelöst werden kann. Hierbei ist n die Anzahl der Meßwerte.

$$I_1 = \sum_{i=1}^{n-1} \left\{ \int_{t_i}^{t_{i+1}} \left[\frac{C_{i+1} - C_i}{t_{i+1} - t_i} \cdot t + \frac{t_{i+1} \cdot C_i - t_i \cdot C_{i+1}}{t_{i+1} - t_i} \right] \cdot t \cdot dt \right\} \quad (3.25)$$

$$I_1 = \sum_{i=1}^{n-1} \left[\frac{1}{2} \cdot (C_i \cdot t_{i+1} - C_{i+1} \cdot t_i) \cdot (t_{i+1} + t_i) + \frac{1}{3} \cdot (C_{i+1} - C_i) \cdot (t_{i+1}^2 + t_{i+1} \cdot t_i + t_i^2) \right] \quad (3.26)$$

Alle anderen Integrale werden auf die gleiche Weise berechnet. Die Integrale I_0 für den Eingang (E1) und den Ausgang (E2) müssen auf Grund der Erhaltung der Masse ungefähr den gleichen Zahlenwert aufweisen. Setzt man die Gleichungen (3.18) und (3.19) in (3.11) oder (3.14) ein, so erhält man mit

$$\bar{T} = \frac{I_1}{I_0} \Big|_E^A = \frac{\int_{t=0}^{\infty} C(t) \cdot t \cdot dt \Big|_A}{\int_{t=0}^{\infty} C(t) \cdot dt \Big|_E} \quad (3.27)$$

die mittlere Verweilzeit $\bar{t}$ zwischen den Meßstellen. Die Ermittlung des Modellparameters P_e erfolgt durch Berechnung des zweiten und dritten Zentralmomentes, um zu überprüfen, ob die gemessene und berechnete Gewichtsfunktion $G(\theta, P_e)$ zum gleichen Funktionstyp gehören. Ist dies nicht der Fall, erhält man verschiedene P_e -Werte. Der Einfluß des "Tailings" der Antwortsignale auf die Parameterwerte wird durch das Abschneiden der Kurve nach 90% der n Meßwerte untersucht.

3.4.2 Die modifizierte Momentenmethode für das Dispersionsmodell

Zur Vermeidung der Übergewichtung der Fehler für große Zeiten vor allem bei höheren Momenten benutzt man die modifizierte Momentenmethode, bei der die Momente in Gleichung (2.46) mit $\exp(s \cdot \theta)$ gewichtet werden [12, 15]. Für die Anwendung der Zielfunktion (2.51) muß eine Beziehung zwischen den experimentell ermittelten, gewichteten Momenten

$$M^{0,s*} = M^{0,s}/(C_0 \bar{t}) = \int_{t=0}^{\infty} C(t) \cdot e^{-st} \cdot dt / (C_0 \bar{t}) \quad (3.28)$$

$$M^{1,s*} = M^{1,s}/(C_0 \bar{t}^2) = - \int_{t=0}^{\infty} C(t) \cdot t \cdot e^{-st} \cdot dt / (C_0 \bar{t}^2) \quad (3.29)$$

$$M^{N,s*} = M^{N,s}/(C_0 \bar{t}^{N+1}) = (-1)^N \int_{t=0}^{\infty} C \cdot t^N \cdot e^{-st} \cdot dt / (C_0 \bar{t}^{N+1}) \quad (3.30)$$

und den Modellparametern hergestellt werden. Dies erreicht man durch Einsetzen der LAPLACE-transformierten Konzentrationsverteilung und deren Ableitungen nach s^* in (2.48) - (2.50), so daß man für das Dispersionsmodell bei Verwendung von (2.24) folgende Beziehungen erhält:

$$\left. \frac{M^{1,s*}}{M^{0,s*}} \right|_E^A = - \frac{1}{q} \quad (3.31)$$

$$\frac{M^{2,s*}}{M^{0,s*}} = \left[\frac{M^{1,s*}}{M^{0,s*}} \right]_E^A = \frac{2}{Pe \cdot q^3} \quad (3.32)$$

$$\frac{d^N}{ds^{*N}} \left[\frac{M^{1,s*}}{M^{0,s*}} \right]_E^A = (-1)^{N+1} \cdot \frac{(2N)!}{N!} \cdot Pe^{-N} \cdot q^{-(2N+1)} \quad (3.33)$$

mit $q = (1 + 4s^*/Pe)^{1/2}$. Für den Grenzübergang $s^* \rightarrow 0$ wird $q = 1$, und es ergeben sich dann aus (3.31) - (3.33) wiederum die Beziehungen (3.11) - (3.13) für die ungewichteten Momente des Dispersionsmodells. Verwendet man zur Parametererzittlung nur die ersten beiden gewichteten Momente $M^{1,s}$ und $M^{0,s}$, so ergibt sich durch Quadrieren und Umformen von (3.31) die Geradengleichung

$$Y = \left[\frac{M^{1,s}}{M^{0,s}} \right]_E^A^{-2} = \frac{4}{\bar{\tau} \cdot Pe} \cdot s + \bar{\tau}^{-2} \quad (3.34)$$

mit der Steigung $Y_1 = 4/(\bar{\tau} \cdot Pe)$ und dem Ordinatenabschnitt $Y_2 = \bar{\tau}^{-2}$. Die Zielfunktion

$$\chi(\bar{\tau}, Pe) = \int_{s=0}^{\infty} \left[\left[\frac{M^{1,s}}{M^{0,s}} \right]_E^A^{-2} - \left[\frac{4}{\bar{\tau} \cdot Pe} \cdot s + \bar{\tau}^{-2} \right]^2 \right] \cdot ds \quad (3.35)$$

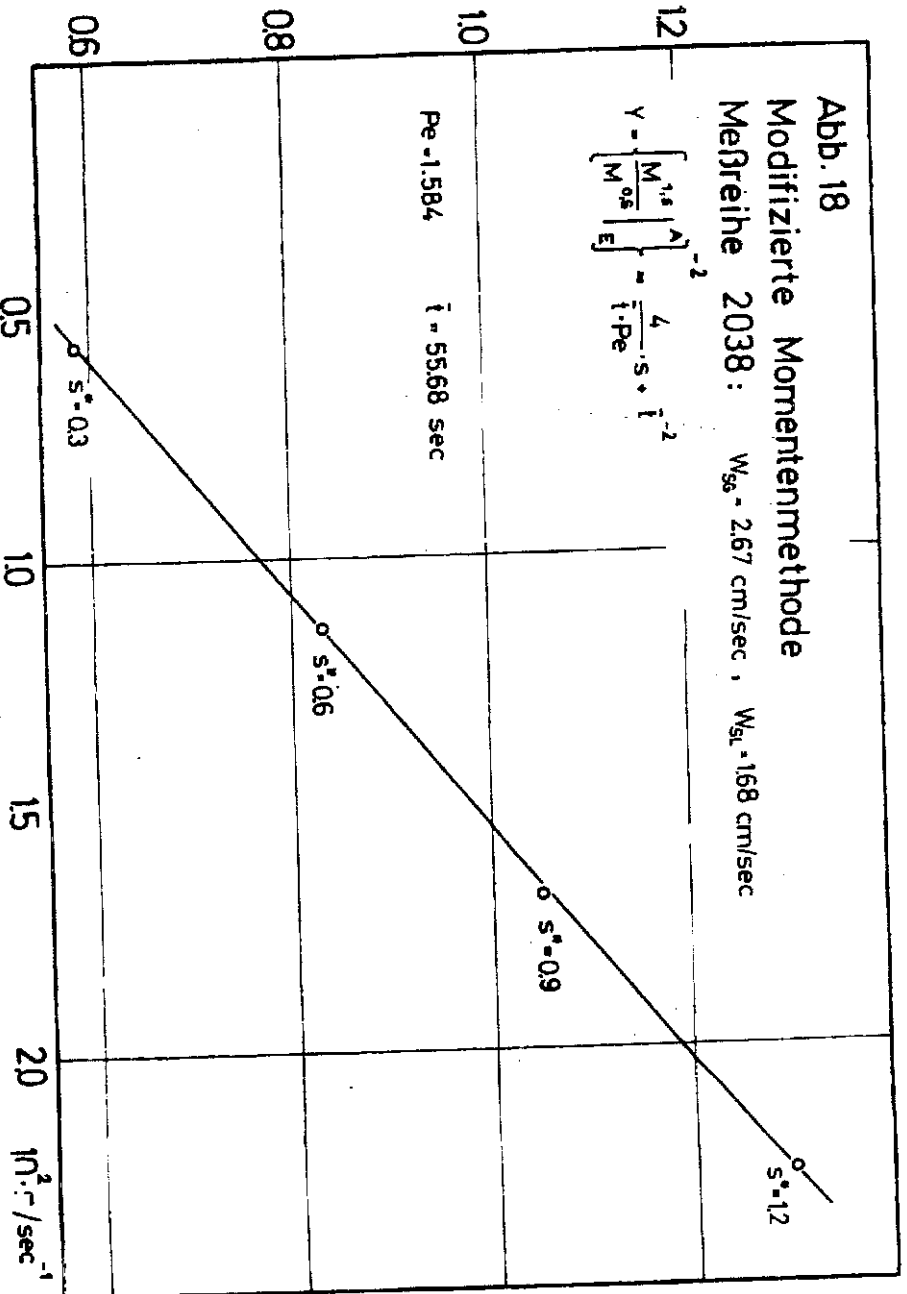
liefert für K verschiedene s - Werte zwei Bestimmungsgleichungen für Y_1 und Y_2 , aus denen die mittlere Verweilzeit $\bar{\tau}$ und die PécLET-Zahl Pe berechnet werden [30]. Der Vorteil dieser Methode liegt darin, daß t durch die Gewichtsfunktion $t \cdot e^{-st}$ ersetzt wird und die Gültigkeit des Dispersionsmodells durch Überprüfen der Linearität von (3.34) festgestellt werden kann. Abb. 18 zeigt für die willkürlich ausgewählte Meßreihe 2038, daß die Annahme des Dispersionsmodells zur Beschreibung des Strömungszustandes im Reaktor gerechtfertigt ist.

$10^3 \cdot Y / \text{sec}^{-2}$

Abb. 18
Modifizierte Momentenmethode
Meßreihe 2038: $W_{gs} = 2.67 \text{ cm/sec}$, $W_{gl} = 1.68 \text{ cm/sec}$

$$Y = \left[\frac{M_{1,s}}{M_{0s}} \right] \frac{A}{E} = \frac{4}{i \cdot Pe} \cdot s \cdot \bar{t}^{-2}$$

$Pe = 1.584$ $\bar{t} = 55.68 \text{ sec}$



3.4.3 Die Anpassung der logarithmierten Übertragungsfunktion des Dispersionsmodells

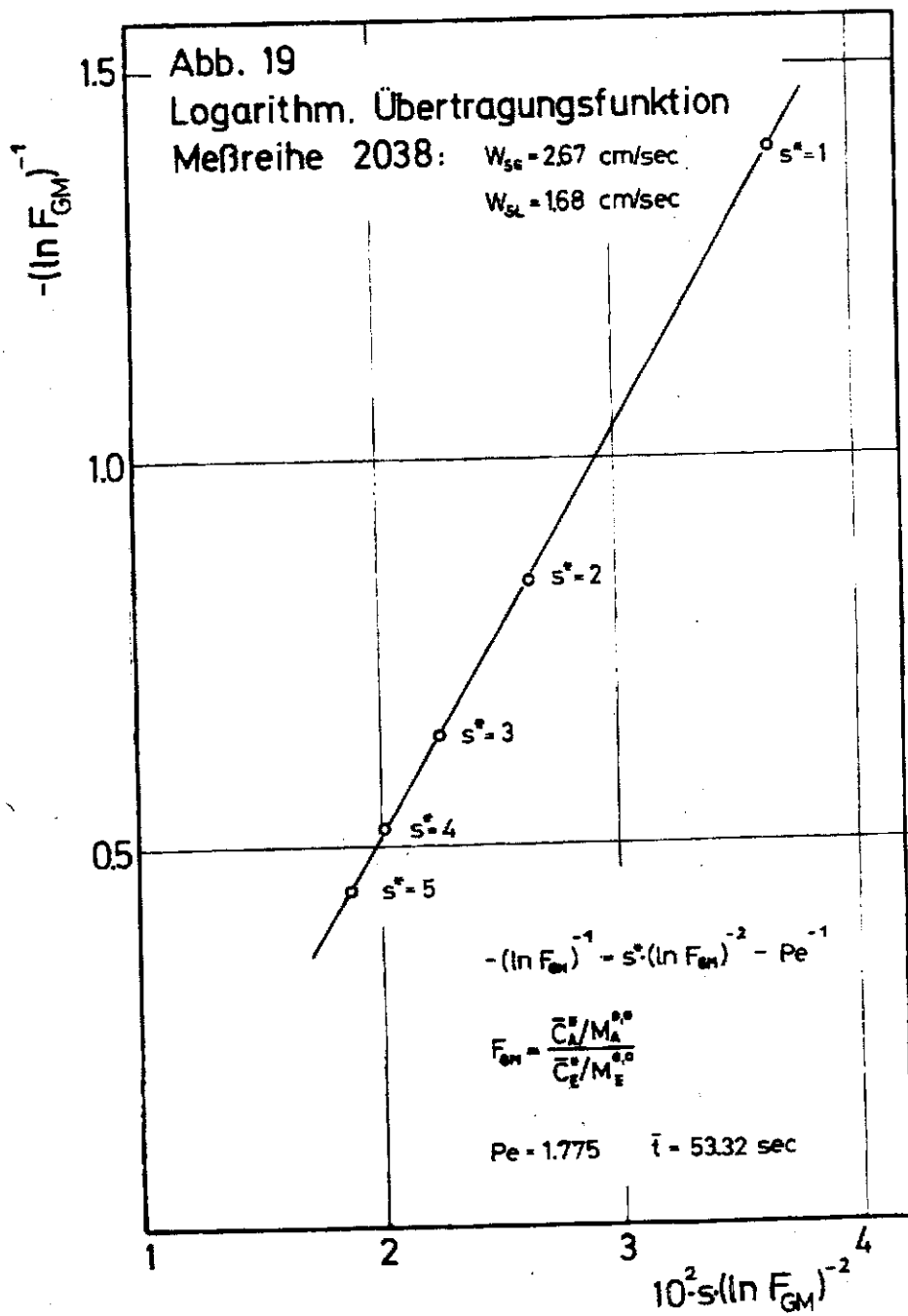
Zur Vermeidung des nichtlinearen Optimierungsproblems bei der Anpassung der gemessenen an die berechnete Übertragungsfunktion des Dispersionsmodells nach Gleichung (2.45) wird die Übertragungsfunktion (2.24) durch Logarithmieren in eine in den Parametern lineare Form umgewandelt [11, 13, 33].

$$\left[-\ln(F_{GM}(s^*)) \right]^{-1} = \left[\ln(F_{GM}(s^*)) \right]^{-2} \cdot s^* - Pe^{-1} \quad (3.36)$$

Gleichung (3.36) stellt in einem $(\ln F_{GM})^{-1} - s \cdot (\ln F_{GM})^{-2}$ - Diagramm eine Gerade mit der Steigung $\bar{\tau}$ und dem Ordinatenabschnitt $-Pe^{-1}$ dar. Die Gültigkeit des Dispersionsmodells wird durch Überprüfen der Linearität von (3.36) bestätigt (Abb.19). Mit der über dem nullten Moment $M^{0,0}$ normierten Übertragungsfunktion lautet die Zielfunktion

$$\Phi(\bar{\tau}, Pe) = \int_{s^*=0}^{\infty} \left\{ \left[-\ln(F_{GM}(s^*)) \right]^{-1} - \left[\ln(F_{GM}(s^*)) \right]^{-2} \cdot s^* + Pe^{-1} \right\}^2 \cdot ds^* \quad (3.37)$$

Für verschiedene, über dem ersten Nullmoment normierte Werte der LAPLACE-Variablen s^* werden mit (3.37) durch lineare Regression die mittlere Verweilzeit $\bar{\tau}$ und die PÉCLET-Zahl Pe bestimmt. Der Nachteil dieser Methode ist der, daß durch das Logarithmieren keine gleichmäßige Gewichtung der Fehler im LAPLACE-Raum gewährleistet ist. Deshalb ist die Bewertung der Fehler im Zeitraum vor allem bei kleinen Zeiten noch stärker ausgeprägt als bei der nichtlinearen Optimierung [13].



3.4.4 Die Anpassung der Übertragungsfunktion durch nichtlineare Regression

Zur praktischen Berechnung der Modellparameter wird das Integral (2.45) durch eine Summe ersetzt:

$$\phi(\bar{P}) = \sum_{n=1}^N [F_{GM}(s_n^*) - F(s_n^*, \bar{P})]^2 = \text{MIN} \quad (3.38)$$

Bei der Minimierung der Summe der Abweichungsquadrate wird das Verfahren von GAUSS-SEIDEL ausgewählt [32]. Dabei wird die aus der Bilanzgleichung erhaltene Übertragungsfunktion in eine nach dem linearen Glied abgeschnittene TAYLOR-Reihe entwickelt.

$$F(s_n^*, \bar{P}) = F(s_n^*, \bar{P}^i) + \frac{\partial F(s_n^*, \bar{P}^i)}{\partial \bar{P}^i} \cdot \Delta \bar{P}^i \quad (3.39)$$

$\Delta \bar{P}^i = \Delta P_j^i (j=1, 2, \dots, M)$ stellt die Verbesserung dar, die man nach dem i-ten Schritt an dem Parametervektor $\bar{P}^i = P_j^i (j=1, 2, \dots, M)$ anbringen muß, um den verbesserten Parametersatz $\bar{P}^{i+1} = P_j^{i+1} (j=1, 2, \dots, M)$ zu erhalten. Nach Einsetzen von (3.39) in (3.38) liefert die Bedingung $\partial \phi / \partial \Delta \bar{P}^i = 0$ ein in Vektorschreibweise angegebenes lineares Gleichungssystem M-ter Ordnung.

$$\Delta \bar{P}^i = \bar{E}^i \cdot (\bar{A}^i)^{-1} \quad (3.40)$$

$$\begin{bmatrix} a_{11} & a_{12} & \dots & a_{1M} \\ a_{21} & a_{22} & \dots & a_{2M} \\ \vdots & \vdots & & \vdots \\ a_{M1} & a_{M2} & \dots & a_{MM} \end{bmatrix} = \bar{A}^i \quad \begin{bmatrix} \Delta \bar{P}_1^i \\ \Delta \bar{P}_2^i \\ \vdots \\ \Delta \bar{P}_M^i \end{bmatrix} = \Delta \bar{P}^i \quad \begin{bmatrix} E_1 \\ E_2 \\ \vdots \\ E_M \end{bmatrix} = \bar{E}^i \quad (3.41)$$

Die entsprechenden Matrizenelemente lauten:

$$E_i = \sum_{n=1}^N \left\{ \left[F_{GM}(s_n^*) - F(s_n^*, P_j^i) \right] \cdot \frac{\partial F(s_n^*, P_j^i)}{\partial P_i^i} \right\} \quad (3.42)$$

$$a_{jk} = \sum_{n=1}^N \left\{ \frac{\partial F(s_n^*, P_j^i)}{\partial P_j^i} \cdot \frac{\partial F(s_n^*, P_k^i)}{\partial P_k^i} \right\} \quad (3.43)$$

Mit Hilfe der Rekursionsformel

$$P_j^{i+1} = P_j^i + \Delta P_j^i \quad (3.44)$$

wird der neue Parametersatz P_j^{i+1} so lange berechnet, bis die Verbesserungen hinreichend klein sind oder die Zielfunktion ein Minimum geworden ist. Als Abbruchkriterium wird $|\Delta P_j^i / P_j^i| = 10^{-5}$ verwendet. Als Parameteranfangssatz werden die mit Hilfe der Momentenmethode bestimmten Parameter benutzt. Die benötigten Ableitungen für das Dispersionsmodell lauten:

$$\frac{\partial F(s_n^*, P_e)}{\partial P_e} = F(s_n^*, P_e) \cdot \left[\frac{1}{2} - \frac{q}{2} + \frac{s_n^*}{P_e \cdot q} \right] \quad (3.45)$$

und für das Zellenmodell mit Rückfluß:

$$\frac{\partial F(s_n^*, N, B)}{\partial B} = \frac{N}{B} \cdot \bar{f}_2^{N-1} \cdot \left[1 - \bar{f}_2 - s_n^* / (N \cdot q_1) \right] \quad (3.46)$$

$$q_1 = \left[(1 + 2B + s_n^* / N)^2 - 4B(1 + B) \right]^{1/2}$$

wobei $\bar{F}_2$ durch (2.31) erklärt wird. Die Parametersuche für das Zellenmodell wird so durchgeführt, daß für mehrere vorgegebene, ganzzahlige Werte von N der Parameter β bestimmt wird, für den $\phi(\bar{P})$ ein Minimum wird [9]. Daraus wird dann das Parameterpaar N, β ausgewählt, das von allen N den kleinsten Wert für $\phi(\bar{P})$ ergibt.

3.4.5 Die Auswahl der LAPLACE-Variablen

Da bei den in den Kap. 3.4.3 - 3.4.5 beschriebenen Auswertungsmethoden nur der Realteil der komplexen LAPLACE-Variablen berücksichtigt wird, müssen die auf diese Weise bestimmten Parameter nicht unbedingt mit den durch Anpassung im Zeitbereich ermittelten übereinstimmen. Außerdem beeinflußt s^* entscheidend die Gewichtung der Fehler, so daß der richtigen Auswahl dieser Variablen eine besondere Bedeutung zukommt [13,16,14]. Wählt man einen zu großen s^* -Wert, wird sowohl bei der modifizierten Momentenmethode als auch bei der Anpassung der Übertragungsfunktionen der Anfangsteil des Antwortsignals zu stark gewichtet. Da aber die Konzentrationsverteilungskurve vor allem bei kleinen und auch bei hohen Zeiten mit einem großen relativen Fehler behaftet ist, wird die Berechnung der Parameter ungenau. Für $s^* \rightarrow 0$ erhält man aus der modifizierten Momentenmethode die Momentenmethode, so daß bei zu niedrigen s^* -Werten der Fehler $f(\theta, \bar{P})$ vor allem bei Momenten höherer Ordnung zu stark bewertet wird. Bei der Anpassung der Übertragungsfunktionen gestatten zu kleine s^* -Werte keine Unterscheidung zwischen den Übertragungsfunktionen verschiedener Modelle.

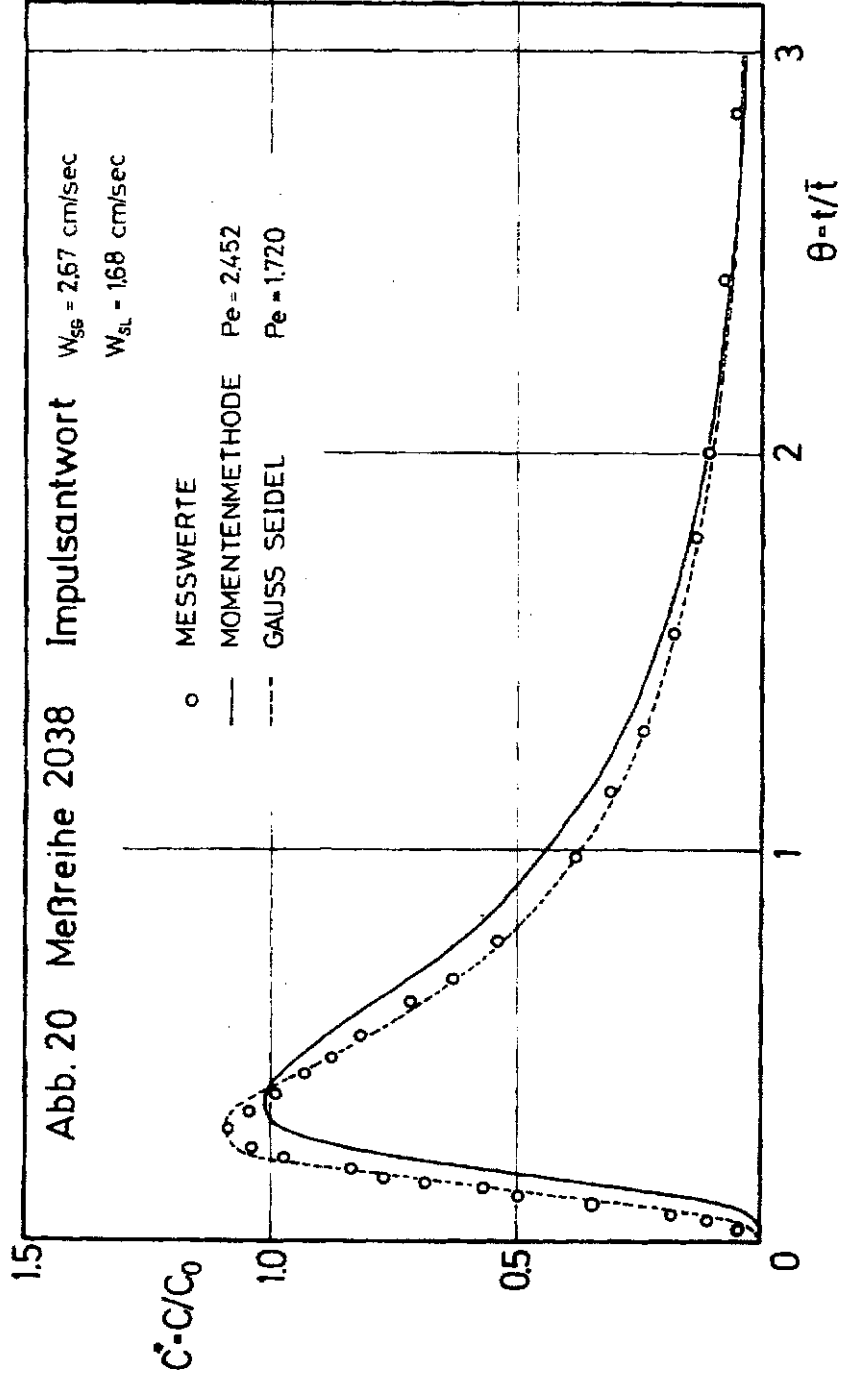
HOPKINS [14] gibt für den s^* -Bereich, über den für das Dispersionsmodell die Regression durchgeführt wird, mit $s^* = 2 - 5$ an. In dieser Arbeit wird bei der Parameterermittlung durch Anpassung der Übertragungsfunktionen für alle Meßreihen der Bereich $s^* = s \cdot \bar{t} = 1 - 5$ ausgewählt mit $\bar{t}$ als der mittleren Verweilzeit zwischen den Meßstellen. Für die Parameterbestimmung mit Hilfe des nullten und ersten gewichteten Momentes lie-

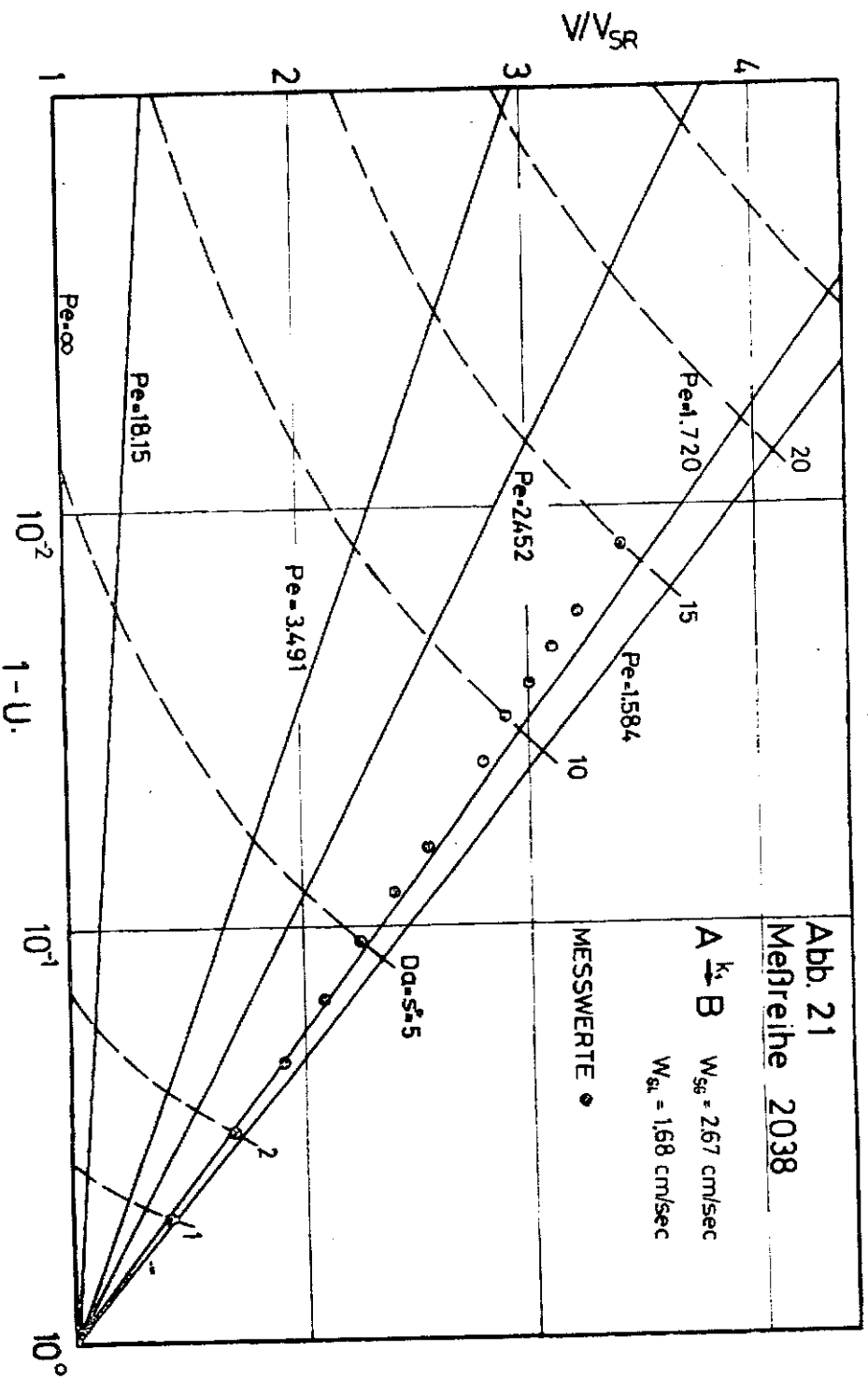
gen die Werte für s^* zwischen 0,3 und 1,2, so daß nach ANDERSEN [16] der relative Fehler bei der Berechnung dieser beiden Momente möglichst klein wird.

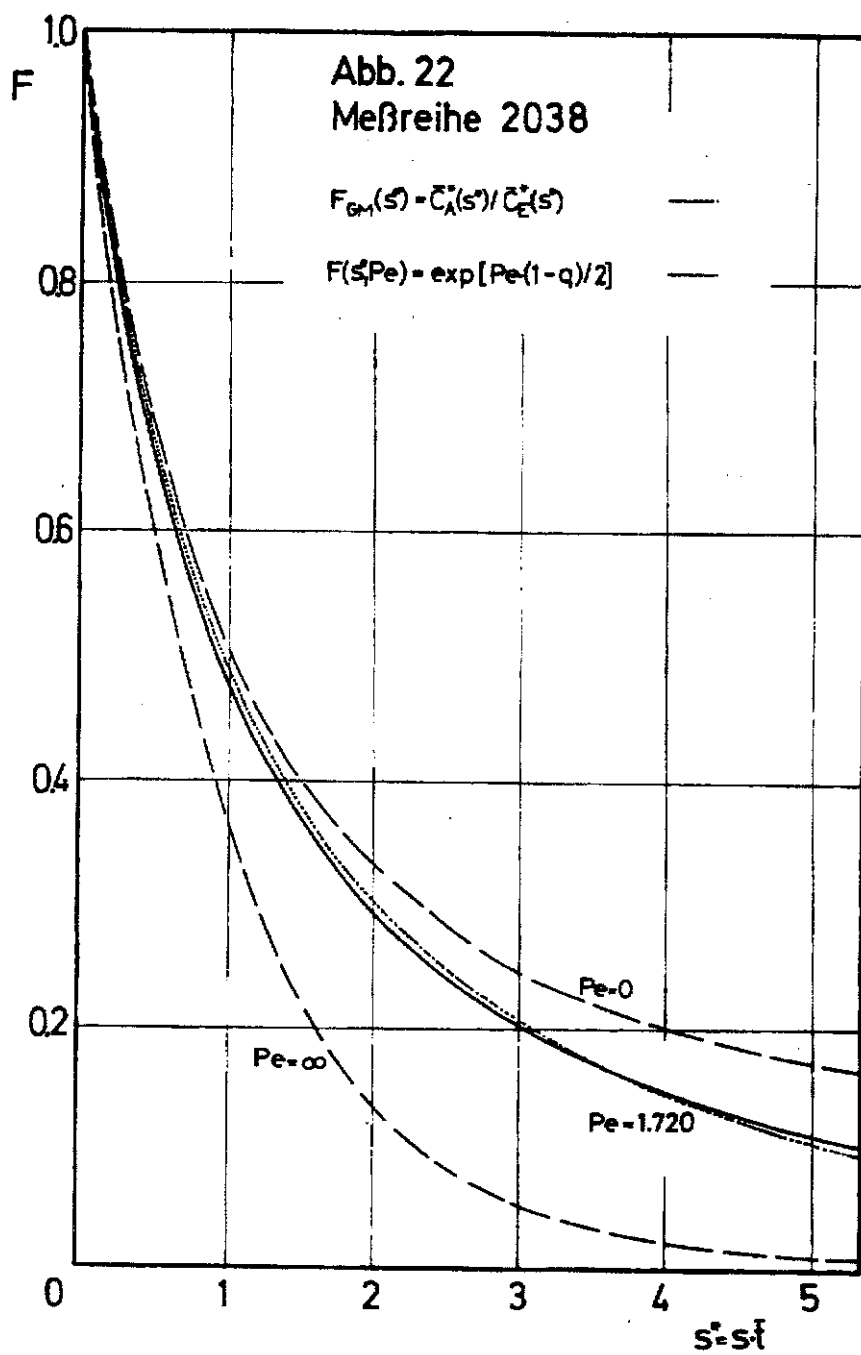
3.4.6 Vergleich der nach den verschiedenen Methoden ermittelten Parameter

Die zur Versuchsauswertung benutzten Programme und die damit erzielten Ergebnisse sind für die willkürlich ausgewählte Meßreihe 2038 im Anhang abgedruckt. Die Parameter des allgemeinen Zellenmodells lassen sich nur teilweise mit Hilfe der Momentenmethode oder aus der Anpassung der Übertragungsfunktionen durch nichtlineare Regression bestimmen, da einerseits die Bedingung (3.17) selten erfüllt ist und andererseits das ausgewählte Optimierungsverfahren für mehrere Anfangsparametersätze nicht immer konvergiert. Dagegen können die Parameterwerte des Dispersionsmodells aus fast allen Auswertmethoden bestimmt werden. Eine Ausnahme bildet die Momentenmethode, die vor allem für geringe Flüssigkeitsdurchsätze bei der Berechnung des Durchmischungskoeffizienten D_I aus dem zweiten oder dritten Zentralmoment wegen des großen Einflusses der Gewichtungsfaktoren t^2 bzw. t^3 physikalisch sinnlose Zahlenwerte liefert. Außerdem stimmen die aus den verschiedenen Momenten berechneten Pe-Zahlen nicht überein (Abb.23).

Um nun die mit Hilfe der verschiedenen Methoden ermittelten Pe-Zahlen vergleichen zu können, wird das experimentell bestimmte Ausgangssignal $C_A^*(\theta)$ dem berechneten $C_A^*(\theta, Pe)$ gegenübergestellt, wobei die an der Stelle E1 gemessene Antwortfunktion $C_E^*(\theta)$ als Eingangssignal dient. Da dieses Signal einen nichtidealen δ -Impuls darstellt, muß $C_A^*(\theta, Pe)$ über das Superpositionsintegral (2.37) unter Verwendung der Gewichtsfunktion (2.25) berechnet werden. Die auf diese Weise bestimmten Konzentrationsverteilungen $C_A^*(\theta, Pe)$ mit den aus der Momentenmethode und der durch nichtlineare Regression ermittelten Pe-Zahlen sowie die gemessene Antwortfunktion $C_A^*(\theta)$ sind in Abb.20 dargestellt. Es zeigt sich, daß die Meßwerte







durch die aus dem nichtlinearen Optimierungsverfahren berechneten Pe -Zahlen am besten, durch die aus den Zentralmomenten ermittelten am schlechtesten wiedergegeben werden. Der Anfangsteil und das "Tailing" der Antwortfunktion werden durch die Momentenmethode am ungenauesten beschrieben. Die modifizierte Momentenmethode und die Anpassung der logarithmierten Übertragungsfunktion liefern ähnlich gute Parameterwerte wie die nichtlineare Optimierung. Mit dem nahezu identischen Verlauf der experimentellen und der aus dem Dispersionsmodell bestimmten Übertragungsfunktion in Abb.22 wird die Güte des iterativen Anpassungsverfahrens gekennzeichnet, die außerdem durch das minimale $\phi(Pe)$ überprüft werden kann. Für die Meßreihe 2038 erhält man bei einem Anfangswert von $Pe = 2,452$ (aus der Momentenmethode) nach vier Iterationen einen Endwert von $Pe = 1,720$ mit einem minimalen Wert der Zielfunktion von $\phi = 3,179 \cdot 10^{-5}$. Andere Anfangsparameter für Pe ergeben den gleichen Endwert.

Bei der von BUE [9] angewandten Zuordnungsmethode [33] entspricht die gemessene Übertragungsfunktion $F_{GM}(s^*)$ dem Anteil des Ausgangsstoffes, der bei Annahme einer Reaktion 1. Ordnung $A \xrightarrow{k_1} B$ den Reaktor unverändert verläßt. Der komplexe LAPLACE-Parameter s^* stellt dabei die DAMKÖHLER-Zahl $Da = k_1 \cdot \bar{t}$ mit k_1 als Geschwindigkeitskonstante für eine Reaktion 1. Ordnung dar. Mit den Beziehungen

$$F_{GM}(s^*) = 1 - U_{AGM}(Da) \quad (3.47)$$

$$F(s^*, Pe) = 1 - U_A(Da, Pe) \quad (3.48)$$

wird durch Anpassung der gemessenen Umsatzkurve U_{AGM} an U_A der Parameter Pe so bestimmt, daß die Zielfunktion ein Minimum ergibt. Zum Vergleich der Ergebnisse sind für die Meßreihe 2038 die Umsätze U_A aus dem Dispersionsmodell mit den aus den verschiedenen Methoden berechneten Pe -Zahlen in ein DAMKÖHLER-Diagramm eingezeichnet (Abb.21). Die Ordinate stellt dabei

das für einen bestimmten Umsatz erforderliche Volumen eines realen Reaktors bezogen auf das Volumen eines idealen Strömungsrohres dar. Die gemessenen Umsatzwerte werden sehr gut durch die Kurven mit den Pe-Werten aus der nichtlinearen Optimierung ($Pe = 1,720$), der modifizierten Momentenmethode ($Pe = 1,584$) und der Anpassung der logarithmierten Übertragungsfunktion ($Pe = 1,775$, nicht eingezeichnet) beschrieben, dagegen weichen die mit den Pe-Werten aus dem zweiten ($Pe = 2,452$) und dem dritten Zentralmoment ($Pe = 3,491$) berechneten Umsatzkurven erheblich von den Meßwerten ab. Dieses Verhalten wird durch Überprüfung mehrerer, willkürlich gewählter Meßreihen bestätigt. Zum Vergleich ist die Umsatzkurve mit der für ein Einphasensystem bestimmten Pe-Zahl ($Pe = 18,15$) eingetragen. Beim Zweiphasensystem ist durch die strömende Gasphase die Durchmischung so stark, daß bei gleichem Umsatz das Volumen eines realen Reaktors größer sein muß als das des idealen Strömungsrohres.

In Abb. 23 sind die aus den verschiedenen Methoden berechneten Pe-Zahlen als Funktion der Leerrohrgeschwindigkeit des Gases für die lineare Flüssigkeitgeschwindigkeit $w_{SL} = 2,38$ cm/sec eingetragen. Die Ermittlung der Parameter mit Hilfe der Momentenmethode erscheint unzureichend, da die Pe-Zahlen aus dem zweiten und dritten Zentralmoment unterschiedliche und auch wegen des Einflusses der Gewichtungsfaktoren t^2 und t^3 zu hohe Werte aufweisen. Ein Abschneiden der Antwortfunktion nach 90% der n Meßwerte bewirkt eine Erhöhung und damit eine noch größere Verfälschung der Pe-Zahlen. Da die Anpassung der Modellübertragungsfunktion an die gemessene mit Hilfe der Zielfunktion (3.38) die besten Ergebnisse liefert, werden die Pe-Werte und die daraus resultierenden Durchmischungskoeffizienten D_L für alle Meßreihen mit dieser Methode bestimmt.

