

4. Aktuelle Forschung

4.1 Fouling und Reinigung

4.1.1 Lokale Bestimmung von Foulingvorgängen zur korrekten Beschreibung des integralen Verhaltens

(Karina Bosse, M.Sc., Lukas Rohwer, M.Sc.)

Vorangegangene Untersuchungen zeigen eine große örtliche Abhängigkeit der Auswirkungen der Ablagerungsschichten auf den Wärmeübergang, das Fließverhalten und den Druckverlust aufgrund von Temperaturunterschieden entlang eines Gegenstromwärmeübertragers. Folglich ist die exakte Beschreibung der Wärmeübertragungseigenschaften nur über ihre lokale Aufschlüsselung möglich. Diese lokalen Einflüsse der Foulingsschichten lassen sich über die Rauheits- und die einschnürungs-induzierten Effekte beschreiben.

Entstehung von Rauheiten beim Kristallisationsfouling

Der zeitliche Entstehungsprozess der Foulingbeläge lässt sich nach Albert¹ und Schlüter² anhand des in Abb. 4.1 dargestellten 4-Phasen-Modells beschreiben.

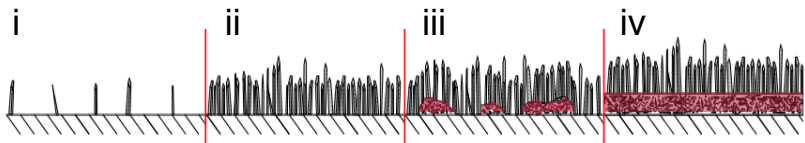


Abb. 4.1: Konsekutives Fouling-Schicht-Modell nach Albert¹ und Schlüter²

- i. Vereinzelte Kristallstrukturen (geringe Oberflächenrauheit)
- ii. Vermehrtes Kristallwachstum einzelner Kristalle (Oberflächenrauheit nimmt zu bei konstantem Rohrquerschnitt)
- iii. Beginn der Ausbildung einer durchgängigen Unterschicht
- iv. Aufwachsen der Unterschicht (Querschnittsverengung bei konstanter Rauheit)

Zunächst erfolgt die Entstehung von Kristallstrukturen, die ausschließlich Einfluss auf die Rauheit haben. Daran schließt ein asymptotischer Rauheitsverlauf bei aufwachsender Unterschichtdicke (Einschnürung) an.

Ziel des Projektes ist die quantitative Erfassung des Fouling- und Strömungsverhaltens unter Beachtung von Rauheits- und Einschnürungseffekten mittels einer lokal aufgelösten Modellierung. Dazu wird der Einfluss dieser Effekte auf den Wärmeübergang, den Druckverlust und auf das Strömungsprofil untersucht.

¹Albert, F., Augustin, W. & Scholl, S. *Roughness and constriction effects on heat transfer in crystallization fouling*. Chem Eng Sci 66, 499-509 (2011)

²Schlüter, F., Augustin, W. & Scholl, S. *Application of experimental data to model local fouling resistances*. Heat Mass Transfer 58, 29-40 (2022)

Einfluss der Rauheits- und Einschnüreneffekte auf den Wärmeübergang und den Druckverlust

Der Einfluss der Entwicklung der Foulingschichten aus Abb. 4.1 auf die Änderung des thermischen Foulingswiderstands R_f und des Druckverlustes ist hinlänglich bekannt. Der Foulingswiderstand nimmt zeitweise scheinbar negative Werte an, die auf eine rauheitsinduzierte Verbesserung der Wärmeübertragung schließen lassen.¹

Die Auswirkungen von Rauheit und Einschnürung auf den Druckverlust und R_f konnten zuvor nur als Gesamtheit betrachtet werden. Die quantitative Trennung von Rauheits- und Einschnüreneffekten ist Teil des aktuellen Forschungsprojektes.

Im rechteckigen Strömungskanal bildet sich bei turbulenten Strömungsverhältnissen das in Abb. 4.2 dargestellte Strömungsprofil aus. Bei den Strömungsuntersuchungen im rechteckigen Strömungskanal wurde die betrachtete Foulingschicht am Boden des Kanals eingesetzt. Durch diese einseitige Einwirkung von Rauheit und Einschnürung ergibt sich das in Abb. 4.2 dargestellte, leicht verschobene, asymmetrische Geschwindigkeitsprofil.

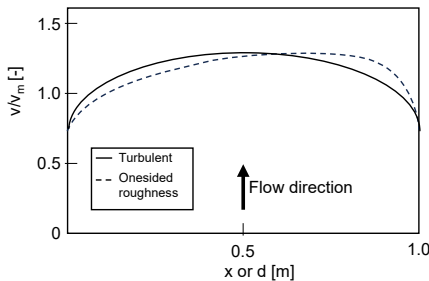


Abb. 4.2:
Geschwindigkeitsprofile in einem Strömungskanal für eine voll entwickelte turbulente Strömung und eine turbulente Strömung mit einseitiger ($x=0$ m) Oberflächenrauheit

Berührungslose Untersuchung der lokalen Fluidodynamik mittels Stereo μ PIV

Um Informationen über die lokalen Strömungsverhältnisse im Strömungskanal zu sammeln, wird im Forschungsprojekt der Stereo-Mikro-Particle-Image-Velocimetry (Stereo μ PIV) genutzt. Durch das Einbringen fluoreszierender Tracerpartikel können mithilfe laseroptischer Methoden örtlich abhängige Geschwindigkeitsvektoren sowie lokal die turbulente, kinetische Gesamtenergie (TKE) in unterschiedlichen Höhen des Kanals bestimmt werden.

Für die Bestimmung der Strömungsprofile werden die folgenden Probenotypen unterschieden:

- Ex-Situ: Ausbildung der Foulingschicht auf Edelstahl- oder Aluminiumprofilen im Batchreaktor (lokale Unterschiede werden vernachlässigt). Flachprofile mit einer Oberfläche von $18 \times 80 \text{ mm}^2$ werden in den Strömungskanal eingesetzt.
- In-Situ: Ausbildung der Foulingschicht im Strömungskanal in einem Gegenstromwärmeübertrager. Dabei werden lokale Unterschiede abgebildet und Fouling hat auf der gesamten Kanallänge einen Einfluss auf die Wärmeübertragung.

Aktuelle Arbeiten und Ergebnisse

In den Ex-Situ-Versuchen werden 16 % der Gesamtfläche durch Fouling belegt. Dadurch findet nur eine geringe Veränderung der gesamten Wärmeübertragung statt und der zu erwartende Anstieg des R_f -Wertes kann nicht abgebildet werden (Abb. 4.3, links). Bei den In-Situ Versuchen wird die Wärmeübertragung über die gesamte Länge des Wärmeübertragers durch Foulingvorgänge beeinflusst und die vollständige Foulingkurve mit Erreichen eines maximalen R_f kann abgebildet werden (Abb. 4.3, rechts).

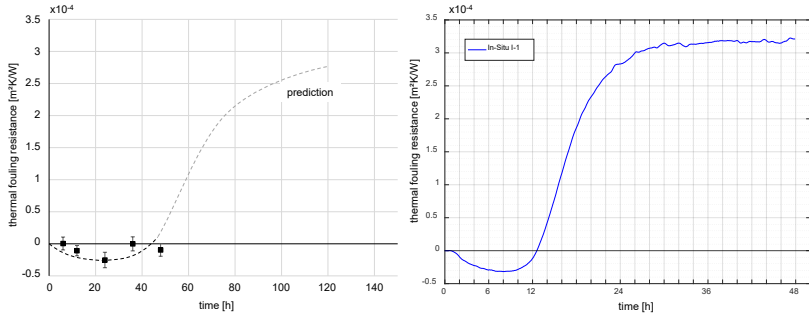


Abb. 4.3: Thermischer Foulingwiderstand bei Ex-Situ-Proben (links) und In-Situ-Proben (rechts)

Mit dem Stereo μ PIV können lokale Strömungsprofile an Kristallclustern aufgezeichnet und anhand von Vektor- oder TKE-Karten visualisiert werden. Durch das Übereinanderlegen von Messungen in verschiedenen Höhenebenen des Strömungskanals lässt sich auch die Verschiebung bezogen auf den sauberen Kanal darstellen (Abb. 4.4).

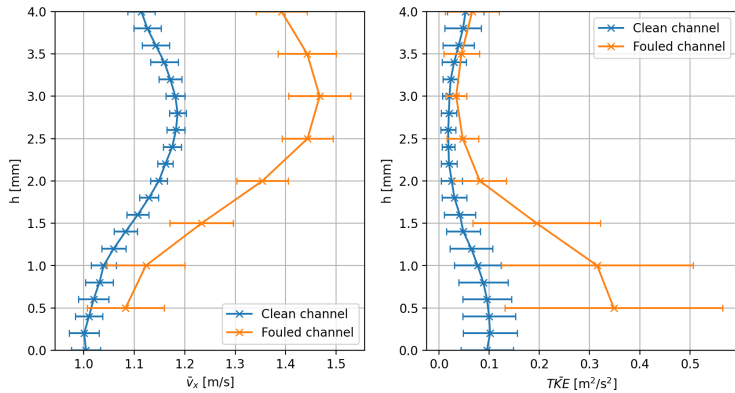


Abb. 4.4: Mikroskopische Aufnahme, Vektorkarte und kinetische Gesamtenergie für lokale Foulingstrukturen

Im Verlauf des Projektes soll das holistische Model nach Schlüter³ systematisch erweitert werden, um lokale Phänomene und das integrale Foulingverhalten zu koppeln. Dafür sollen auch additiv gefertigte Modellschichten zum Einsatz kommen, da diese frei konfigurierbare Rauheits- und Einschnürungsbedingungen ermöglichen.

Dieses Projekt wird durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) gefördert.

4.1.2 Fouling during Emulsion Polymerization

(Olinda Sidorow, M.Sc., Dr. Holly Huellemeier)

In polymer production, the underlying chemical reaction causes polymer to build up on technical surfaces. This appearance of fouling can lead to reduction of operational efficiency by lowering heat transfer rates, raising energy consumption and contaminating final products. Over time, fouling requires frequent shutdowns for cleaning and maintenance, thereby increasing production costs.

An example of fouling is found during the emulsion polymerization of waterborne polymer dispersions. Previous studies have shown that particulate and reaction are the main mechanisms of fouling during emulsion polymerization. A distinction was made between polymer fouling and polymerization fouling. Polymer fouling involves inactive polymer, while polymerization fouling involves deposition from the reacting polymer. In the case of emulsion polymerization, polymer fouling describes particulate fouling. Reaction fouling is outlined as follows: "reaction fouling = polymerization fouling - polymer fouling".

The work presented here examines the possible application of a quartz crystal microbalance (QCM). A QCM consists of a thin quartz with electrodes. Using the piezoelectric principle, the sensor acts as an acoustic resonator represented by the vibrating surface of the QCM. By changes in mass on its surface, the resonance frequency changes. These frequency shifts (Δf [Hz]) can be resolved down to a few Hertz or less, corresponding to mass changes in the nanogram range. This enables even the smallest deposits of fouling to be detected.

In the DFG project 'Fouling during emulsion polymerization' the hypothesis is, that the dominant fouling pathways are reaction fouling and particle fouling which can be separately quantified and mechanistically understood. In that regard, an electrical heated finger as well as a flow channel equipped with a QCM were designed, shown in Fig. 4.5 B and D.

Fouling Detection with the Heated Finger

The heating finger is composed in its core of an electric heating rod. The electric rod is located within a copper block, which is encased in a polyether ether ketone (PEEK) insulation layer. The housing for the heating finger consists of a stainless-steel casing and lid, as shown in Fig. 4.5 A. Four thermocouples are positioned along

³ Schlüter, F., Augustin, W. & Scholl, S. *Introducing a holistic approach to model and link fouling resistances*. Heat Mass Transfer 57, 999–1009 (2021).

the length of the sample plate on the heated finger. This allows up to four pull-out movements of the heated finger from the reaction medium while measuring the temperature along the finger. Using this application enables the time-resolved observation of fouling formation on the sample plate.

At the beginning, several commissioning tests were performed. The aim was to evaluate the performance of the newly designed heated finger with different bulk fluids (water vs. preformed polymer dispersion) and different functionalities (no retraction vs. retraction, constant heat flux vs. constant surface temperature). The results indicated uniform heat distribution across the entire height of the sample plate as well as a negligible heat transfer to the gas phase with increasing retraction.

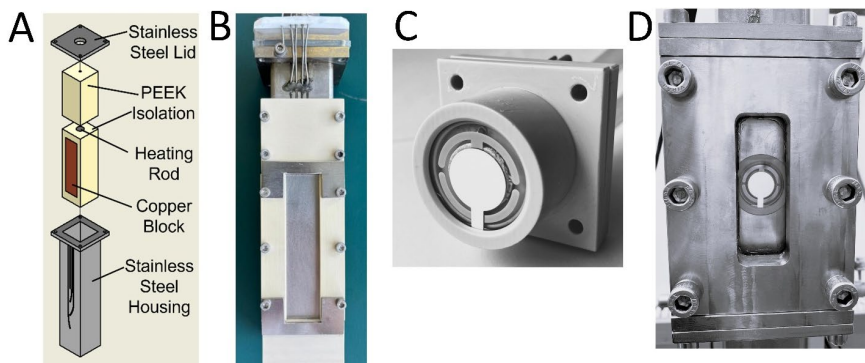


Fig. 4.5: Overview of the designed fouling detection devices.
 (A) Exploded-view drawing of heated finger structure.
 (B) Assembled heated finger with sample plate and PEEK housing.
 (C) Sensor holder, fully assembled with QCM and PEEK casing cover.
 (D) Flow channel, equipped with sensor holder.

After testing the operating functions, fouling detection using the polymer dispersion and active polymerization was investigated. For the active polymerization the aim was to recreate an industrial formulation for a vinyl acetate copolymer. The following components were used for the synthesis: two monomers (vinyl acetate and vinyl neodecanoate), one surfactant (polyvinyl alcohol), the initiators, consisting of a reducing agent (ascorbic acid), and an oxidizing agent (tert-butyl hydroperoxide). The reaction was monitored using temperature and gravimetric measurements of solids content with the previously described emulsion polymerization plant. The synthesis was performed as a batch reaction at 64 °C with a target solids content of 30 % (wt/wt).

To investigate the impact of thermal conditions, two operating modes were selected: constant heat flux \dot{q} at 12 kW·m⁻² and constant surface temperature behind the sample plate T_s at 74 °C. The heat flux corresponded to the temperature, enabling direct comparison of these two conditions. The thermal-based fouling resistance $R_{f,therm}$