

von Minuten in vielen Membranverfahren etabliert sind, wurden neuerdings Rückspülungen mit sehr hoher Frequenz eingesetzt. Besonders wirksam erwies sich die schnelle Rückspülung in

Kombination mit aus Silicium-Wafer hergestellten Filterscheiben der niederländischen Firma FluXXion B.V., s. Abb.

Die hochfrequente Rückspülung wird zurzeit am IVT erforscht. Dabei werden

sowohl der Einfluss der hochfrequenten Rückspülung auf die Permeatleistung untersucht als auch Modelle zur Beschreibung des Transportprozesses entwickelt.

P5.17

Einfluss der Partikelladung auf die Durchströmbarkeit von nanoporösen Filterkuchen

Dipl.-Ing. B. Schäfer¹⁾ (E-Mail: bastian.schaefer@mvm.uka.de), Prof. Dr.-Ing. H. Nirschl¹⁾

¹⁾Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik, Universität Karlsruhe, Straße am Forum 8, D-76128 Karlsruhe

DOI: 10.1002/cite.200750110

Die Verbesserung der Filtration nanopartikulärer Suspensionen ist eine wissenschaftliche Herausforderung mit einem direkten industriellen Bezug, da die Verarbeitung nanopartikulärer Suspensionen durch die schlechte Filtrierbarkeit eingeschränkt wird. Deshalb untersuchen wir den Einfluss der Partikelladung auf die Filtration und insbesondere die Durchströmbarkeit von Filterkuchen.

Geflokte Suspensionen bilden Filterkuchen mit einer weniger dichten Struktur als stabile Suspensionen. Die Folge ist ein wesentlich geringerer Durchströmungswiderstand und eine schnellere Filtration [1]. In dieser Studie wird die Flockung durch Variation des pH-Wertes und der Ionenstärke hervorgerufen.

Eine weitere Möglichkeit zum Beschleunigen der Filtration bietet die

Elektroosmose. Der elektroosmotische Volumenstrom entsteht, wenn ein elektrisches Feld an einen nanoporösen Filterkuchen mit geladenen Partikeln angelegt wird. Das Wasser in den Poren wird durch die somit beschleunigten Gegenionen bewegt [2] (s. Abb.).

Beide Phänomene hängen von den Eigenschaften der Partikeln und den Prozessparametern ab. Es wird hier der Einfluss von Partikelgröße, Dispergierung, Kuchenhöhe und Elektrolytzusammensetzung auf die Massen- und Ladungstransportvorgänge untersucht.

[1] H. Nirschl, B. Schaefer, *Chem. Eng. Technol.* **2005**, 28 (8), 862.

[2] B. Schaefer, H. Nirschl, *Proc. of the Fifth World Congress on Particle Technology*, April 23-27, Orlando 2006.

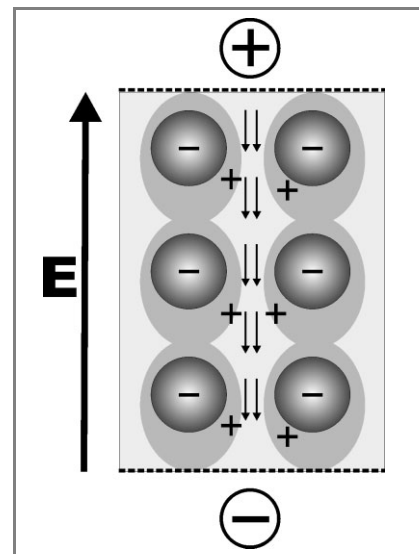


Abbildung. Erzeugung des elektroosmotischen Volumenstromes aufgrund der Beschleunigung der Gegenionen durch das elektrische Feld [2].

P5.18

Kinetik der Partikelbildung bei der Fällung von L-Glutaminsäure

C. Lindenberg¹⁾ (E-Mail: lindenberg@ipe.mavt.ethz.ch), J. Cornel¹⁾, Prof. Dr. M. Mazzotti¹⁾, Dr. J. Brozio²⁾

¹⁾Institut für Verfahrenstechnik, ETH Zürich, CH-8092 Zürich

²⁾Chemical & Analytical Development, Novartis Pharma AG, CH-4002 Basel

DOI: 10.1002/cite.200750358

Fällungsreaktionen finden oft in der Herstellung pharmazeutischer Wirkstoffe und Feinchemikalien Einsatz. Dabei ist das Zusammenspiel einzelner Mechanismen der Partikelbildung wie z. B. Keimbildung, Wachstum und Agglomeration, von entscheidender Bedeutung für Partikelgröße und -verteilung. Diese Parameter wiederum bestimmen Filtrierbarkeit, Formulierung und Bioverfügbarkeit des Produktes. Des Weiteren

kannte eine Polymorphumwandlung das Auftreten unerwünschter Eigenschaften zur Folge haben.

In unserer Arbeit bestimmten wir die Keimbildungs-, Wachstums-, Agglomerations- und Polymorphumwandlungskinetiken von L-Glutaminsäure bei der pH-Shift Fällung [1, 2]. Nach dem Einstellen der Anfangsübersättigung beginnt Keimbildung der α -Form, gefolgt von Wachstum und Agglomeration der

Kristalle. Die Polymorphumwandlung erfolgt durch heterogene Keimbildung der β -Form an α -Kristallen, mit anschließendem Wachstum von β und Auflösen von α . Zur unabhängigen Bestimmung der genannten Kinetiken wurden verschiedene Methoden verwendet: ATR-FTIR-Spektroskopie zur Messung der Flüssigphasenkonzentration, FBRM zur Detektierung der Partikelbildung, Raman Spektroskopie zur Charakterisie-

zung des Polymorphgehaltes und der Coulter Multisizer zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung. Ein Populationsbilanzmodell und ein integrales Parameterschätzverfahren wurden entwickelt, um die Parameter in den Kinetiken zu bestimmen. Mit Hilfe des Modells konnte der Fällungsprozess von L-Glutaminsäure im Rührreaktor simuliert und der Effekt verschiedener Betriebsbedingungen (Übersättigung, Temperatur und Rührerdrehzahl) auf die Produkteigenschaften gezeigt werden.

- [1] C. Lindenberg, J. Schöll, L. Vicum, J. Brozio, M. Mazzotti, *Cryst. Growth Des.* **2007**, submitted.
- [2] J. Schöll, D. Bonalumi, L. Vicum, M. Müller, M. Mazzotti, *Cryst. Growth Des.* **2006**, 6 (4), 881.

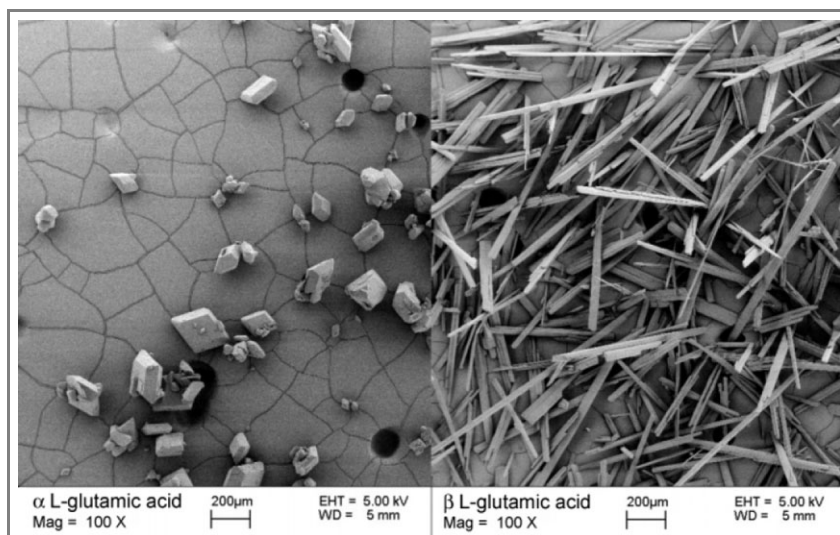


Abbildung. REM-Aufnahme des α - und β -Polymorphs der L-Glutaminsäure.

P5.19

Betrachtungen zur Stabilität ruhender Suspensionen mit Monte-Carlo Simulationen

Dr. G. Skillas¹⁾ (E-Mail: georg.skillas@degussa.com), Dr. A. Maisels¹⁾, R. Zecirovic²⁾

¹⁾Verfahrenstechnik, Degussa GmbH, Rodenbacher Chaussee 6, D-63456 Hanau

²⁾TU Berlin, Straße des 17. Juni 1953, D-10623 Berlin

DOI: 10.1002/cite.200750415

Die Handhabung unterschiedlichster Pulver beinhaltet bei vielen Anwendungen Dispergierung von Partikeln in flüssiger Phase bzw. Herstellung von Dispersionen oder Suspensionen. Eine der wichtigsten Anforderungen, die an Suspensionen gestellt werden, ist die Stabilitätsgewährleistung innerhalb eines vorgegebenen Zeitraumes. Zusätzlich soll die Partikelbeladung in Suspensionen hoch sein, um die Wirtschaftlichkeit zu erhöhen.

Zahlreiche experimentelle Erfahrungen ermöglichen die empirische Findung stabiler Dispersionsformulierungen, ein theoretischer Weg zur Vorhersage der Dispersionsstabilität ist noch nicht bekannt. Das Fehlen eines theoretischen Ansatzes ist durch die Komplexität des Problems bedingt, da in Dispersionen dynamische Vorgänge wie z. B. Aggregation und Sedimentation parallel stattfinden. Diese Vorgänge werden durch zahlreiche Kräfte beeinflusst. Auch wenn sich die dynamischen Vorgänge in Differential-

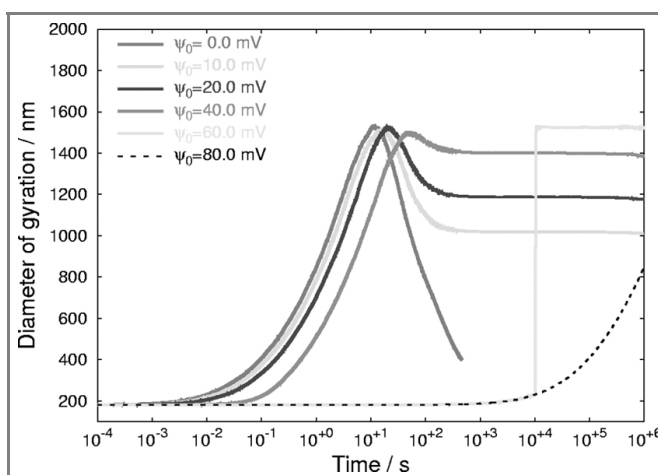


Abbildung. Trägheitsdurchmesser der Aggregate über die Zeit aufgetragen. Sichtbar sind die Effekte von Aggregation und Sedimentation.

gleichungen zusammenfassen lassen, ist keine analytische Lösung möglich.

Eingesetzt wurde ein Monte Carlo basiertes Simulationsverfahren, das sich für die Beschreibung mehrdimensionaler komplexer Systeme gut eignet. Das

Verfahren ist in der Lage, dynamische Vorgänge auf verschiedenen Zeitskalen effizient zu simulieren. Des Weiteren können unterschiedliche Partikelmorphologien mit Hilfe des fraktalen Ansatzes berücksichtigt werden.