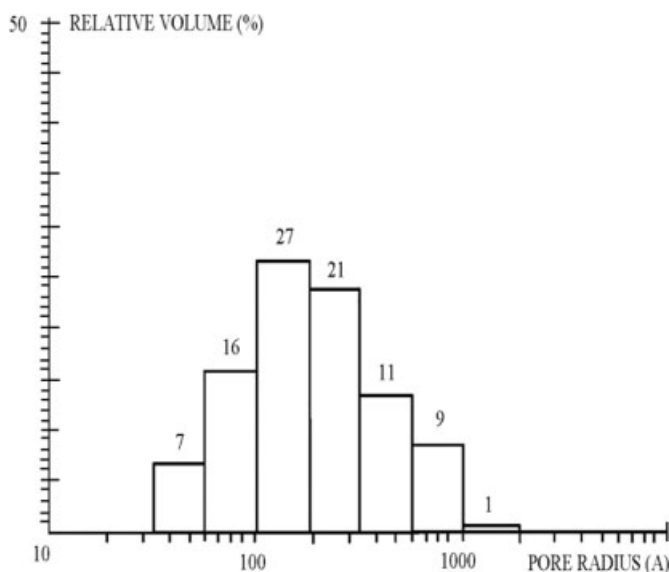


odenpotenzial, Zusammensetzung und Konzentration des Anodisierungselektrolyten. Eine Änderung dieser Parameter führt zu Matrizen mit den geforderten mikrogeometrischen Größen.

Traditionellen Methoden, mit denen die Porosität untersucht wird, sind u. a. Elektronenmikroskopie, Spannungstromcharakteristiken elektrochemischer Reaktionen etc. Doch weisen alle diese Methoden Einschränkungen auf. Besonders die mit Hilfe der Elektronenmikroskopie erhaltene Information über die poröse Struktur ist unvollständig (nur zwei Dimensionen). Eine vollständige Information über die poröse Struktur (in drei Dimensionen) kann mit Hilfe der Quecksilberporometrie erhalten werden [2].

In dieser Arbeit wurde mit einem computer-gesteuerten Porenprüfgerät (Porosimeter, Fa. CARLO ERBA, Italien) gemessen. Die Analysedaten werden gespeichert und anschließend bearbeitet. Auf einem Ausdruck sind die Porenabmessungen und die spezifische Oberfläche zu sehen. Die Anodisierung wurde in Elektrolyten mit Schwefel-, Oxal- und Phosphorsäure durchgeführt. Dargestellt wird auch die Abhängigkeit der Porenvolumenverteilung hinsichtlich Größe und Mittelradien von der Zusammensetzung des Anodisierungselektrolyts. Ein Histogramm der Porenvolumenverteilung für H_2SO_4 ist in der Abbildung dargestellt. Es ergeben sich folgende mittlere Porenradien: für Schwefelsäure: $r_{\text{mit}} = 18 \text{ nm}$, für Oxalsäure: $r_{\text{mit}} = 27 \text{ nm}$, für Orthophosphorsäure: $r_{\text{mit}} = 45 \text{ nm}$. Ein Vergleich mit den Daten der elektronenmikroskopischen Untersuchungen von Anodenoxiden zeigt eine gute Übereinstimmung der Ergebnisse.

Abbildung.
Histogramm der Porenvolumenverteilung nach dem Radius für H_2SO_4 .



Die Quecksilberporometrie erlaubt die Analyse der regelmäßigen porösen Nanostrukturen in Aluminiumoxidfilmen und die Auswahl der Regimes zum Anodisieren und Ätzen sowie eine Planung der gewünschten Mikrogeometrie der Strukturen.

- [1] K. Nielsch, F. Müller, A. P. Li, U. Goesele, *Adv. Mater.* **2000**, *12*, 582.
- [2] V. Schulgov, Anwendung der Quecksilberporometrie zur Strukturanalyse von porösen Anodenoxiden des Aluminiums, *11. Arbeitstagung Angewandte Oberflächeanalytik*, Leipzig **2000**, 111.

I-21

Steuerung der Durchströmung nanoskaliger Haufwerke

Dipl.-Ing. B. Schäfer*¹⁾

E-Mail: bastian.schaefer@mvm.uka.de

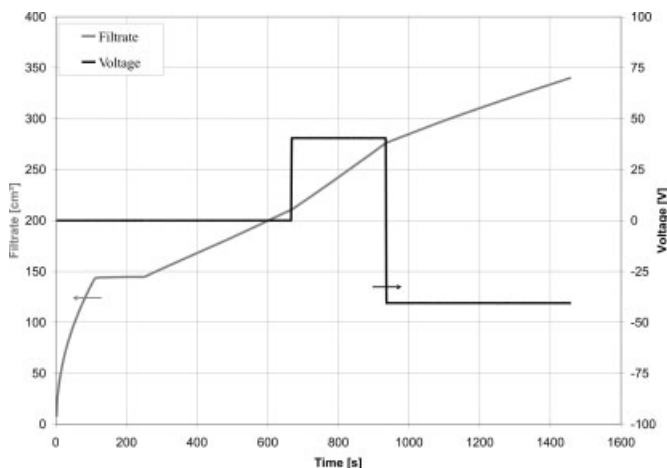
Prof. Dr.-Ing. H. Nirschl¹⁾

¹⁾ Institut für MVM, Universität Karlsruhe, D-76128 Karlsruhe.

Das Poster illustriert Möglichkeiten zur Beeinflussung der Permeabilität von Haufwerken, die aus keramischen Partikeln mit einem Durchmesser zwischen 10 nm und 1 µm bestehen. Solche Haufwerke weisen als Träger für immobilisierte Materialien (z. B. als Katalysatoren in der chemischen Industrie) den Vorteil einer sehr großen relativen Oberfläche auf. Wichtige Einflussgrößen auf die Permeabilität sind neben dem Material und dem Partikeldurchmesser die Ionenstärke und der pH-Wert des Permeats und die Stärke und Richtung eines angelegten elektrischen Feldes.

Diese Einflüsse lassen sich folgendermaßen erklären. In wässrigen Lösungen tritt auf der Partikeloberfläche spezifische Adsorption von Ionen auf. Daraus folgt ein Überschuss entgegengesetzt geladener Gegenionen in der Flüssigphase. Diese werden durch ein anliegendes elektrisches Feld beschleunigt und bewegen dabei durch Reibung die Flüssigkeit mit. Dieser als Elektroosmose bezeichnete Effekt kann je nach Feldrichtung entgegen oder in Richtung einer am Haufwerk anliegenden Druckdifferenz wirken.

Abbildung.
Filtratanfall bei Variation der anliegenden Feldstärke [1].



Die Abbildung zeigt den Verlauf des Filtratvolumens bei einer Filtration und einer anschließenden Durchströmung von Quarzsand. Bei der Durchströmung lässt sich

ein zunächst konstanter Filtratanfall erkennen. Durch Anlegen einer positiven Spannung wird der Filtratmassenstrom durch die Elektrosmose erhöht und durch Anlegen einer negativen Spannung erniedrigt.

Bei Nano-Haufwerken hat dieser Effekt eine wesentlich stärkere Wirkung. Somit scheint die Entwicklung von schaltbaren Haufwerken und auch von schaltbaren gesinterten Membranen möglich.

- [1] K. Weber, Untersuchungen zum Einfluss eines elektrischen Feldes auf die kuchenbildende Filtration, *Dissertation*, Universität Karlsruhe 2002.

I-22

Zerkleinerungsmechanismen bei der Prallbeanspruchung von Partikelkollektiven

A. Weber*¹⁾

E-Mail: andreas.weber@mvm.uka.de

Prof. Dr.-Ing. H. Nirschl¹⁾

¹⁾ Universität Karlsruhe (TH), Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik, D-76128 Karlsruhe.

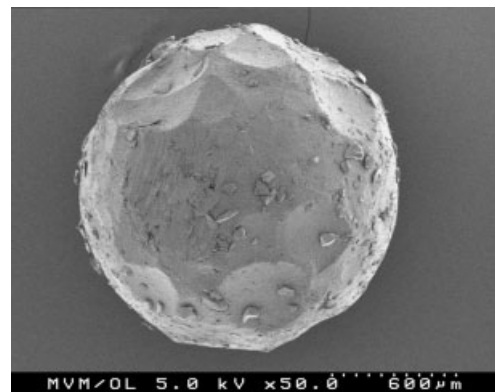
In einem neuartigen Zerkleinerungsapparat wurde eine Kombination von Prallzerkleinerung und Zerkleinerung aufgrund interpartikulärer Wechselwirkungen bei großen Beanspruchungsgeschwindigkeiten nach folgendem Prinzip realisiert. Ein Partikelkollektiv wird in einem Rohr pneumatisch beschleunigt und an einer Prallplatte abrupt verzögert. Die als erste an der Prallplatte ankommenden Partikeln werden durch den Aufprall zerstört. Dieser Effekt wird durch die Masse des nachfolgenden Materials verstärkt. Der Produktpfropfen wird während des Verzögerungsvorgangs gestaucht, was eine Zerkleinerung von Partikeln aufgrund interpartikulärer Wechselwirkungen hervorruft. Material, das noch nicht die gewünschte Feinheit erreicht hat, wird über einen inneren oder äußeren Kreislauf zurückgeführt und erneut beansprucht.

Neben der Veranschaulichung des Apparatkonzepts werden Untersuchungen zur Analyse der während des Verzögerungsvorgangs im Pfropfen auftretenden Beanspruchungsmechanismen thematisiert. Dabei wurden Bleikugeln an verschiedene Positionen in einem Haufwerk aus monodispersen Glaskugeln eingebracht und im vorgestellten Apparat belastet. Abhängig von der Art der Beanspruchungen, der die Bleikugeln während des Prall- und Stauchungsvorgangs ausgesetzt sind, ergaben sich typische Verformungen der Bleikugeloberfläche. Während Bleikugeln in der obersten Haufwerksschicht durch den Aufprall auf einer Seite abgeplattet wurden, zeigten Bleikugeln aus der Mitte des Pfropfens Eindellungen, die durch teilweise aufeinander folgende Stöße mit intakten Glaskugeln hervorgerufen werden (s. Abb.).

Von entscheidender Bedeutung ist die für die Zerkleinerung zur Verfügung stehende, massenbezogene Energie. Sie wird im vorgestellten Apparat durch die Ge-

schwindigkeit des Partikelpfropfens bestimmt, die mittels zweier Lichtschranken am oberen Ende des Schussrohrs bestimmt wurde. Die Rohraustrittsgeschwindigkeit hängt außer von den Apparate- und Materialeigenschaften von den Betriebsparametern Vordruck der Treibluft, Öffnungszeit des Druckluftventils sowie Masse des zu beschleunigenden Haufwerks ab. Erwartungsgemäß ergab eine Erhöhung des Vordrucks eine verbesserte Zerkleinerungswirkung, also einen größeren Feingutanteil. Auch die Reduktion der zu beschleunigenden Masse wirkte sich positiv auf das Zerkleinerungsergebnis aus. Größere Ventilöffnungszeiten hatten keinen signifikanten Einfluss auf die Rohraustrittsgeschwindigkeit, begünstigten jedoch die Zerkleinerung.

Abbildung.
REM-Aufnahme einer in einem Haufwerk aus Glaskugeln belasteten Bleikugel.



I-23

Dispergierung nanoskaliger Agglomerate mittels Hochdruckverfahren

Dipl.-Wi.-Ing. R. Wengeler*¹⁾

E-Mail: Robert.Wengeler@mvm.uka.de

Prof. Dr.-Ing. habil. H. Nirschl¹⁾

¹⁾ Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik, Universität Karlsruhe (TH), D-76128 Karlsruhe.

Bei der Entwicklung neuartiger Werkstoffe auf Basis nanoskaliger Partikeln wird in den nächsten Jahren ein Innovationsschub erwartet, wobei für den Erfolg von Nanomaterialien die Entwicklung spezifischer Verarbeitungsverfahren unabdingbar ist. Wirtschaftlich und technisch relevant sind insbesondere Partikeln, die in Flammensynthese-Verfahren hergestellt werden. Derzeit produzieren Industrieanlagen SiO₂, TiO₂, ZrO₂ und weitere Metalloxide mit solchen Verfahren im Jahrestonnen-Maßstab.

In pyrogenen Produktionsverfahren agglomerieren die Nanopartikeln aufgrund interpartikulärer Wechselwirkungskräfte und versintern zu Agglomeraten mit Durchmessern bis zu einigen Mikrometern. Um in Werkstoffen die spezifisch nanoskaligen Eigenschaften der Primärpartikeln zu erhalten, ist die Dispergierung dieser Agglomerate