

fe der LbL-Technologie mit unterschiedlicher Schichtzahl und unterschiedlichen Schichtmaterialien beschichtet und ihre Eignung für Adsorptionsprozesse in statischen und dynamischen Untersuchungen getestet. Als Modellsystem diente eine Mischung von fluoreszenzgelabelten

Proteinen mit unterschiedlichen isoelektrischen Punkten. Mit konfokaler Mikroskopie sowie zeitabhängiger Fluoreszenz wurde die Kinetik der Adsorption in den Partikeln verfolgt. Die Ergebnisse zeigen im Vergleich zu hochpreisigen Standardionenaustauschern sowohl eine ähnlich

hohe Selektivität entsprechend des pK_i als auch eine unerwartet schnelle Kinetik bei Porengrößen ab 30 nm Durchmesser. Die gute Performance sowohl in der Kapazität als auch der Dynamik empfehlen die LbL-Technologie zur Modifizierung von technischen Adsorbentmaterialien.

V5.15

Modellierung der Mikrobruchdynamik trockener Agglomerate

Dr.-Ing. S. Antonyuk¹⁾ (E-Mail: antonyuk@tu-harburg.de), Prof. Dr.-Ing. habil. S. Heinrich¹⁾

¹⁾Institut für Feststoffverfahrenstechnik und Partikeltechnologie, Technische Universität Hamburg-Harburg, Denickestraße 17, D-21073, Hamburg, Germany

DOI: 10.1002/cite.200950451

Die Herstellung zylindrischer Agglomerate ist ein wichtiger Prozess der chemischen und pharmazeutischen Industrie. Bei Transport und Handhabung treten häufig unerwünschte Bruchprozesse von Agglomeraten auf. Dieses Problem kann durch Verbesserung der Herstellungsprozesse und der Anforderungen zur Behandlung der Agglomerate auf Grund der Kenntnisse über ihr Bruchverhalten gelöst werden.

Für den Ablauf der Deformations- und Bruchprozesse in inhomogene, poröse Agglomerate spielen mechanische Wechselwirkungen zwischen den Primärpartikeln und ihren Bindungen eine wesentliche Rolle. Dieses experimentell

schwer erfassbare Mikroverhalten lässt sich numerisch mit der Diskrete-Elemente-Methode (DEM) analysieren und mit dem Verhalten des gesamten Agglomeratkornes verknüpfen.

Die zylindrischen Modellagglomerate wurden aus kugelförmigen Al_2O_3 -Partikeln mit einer Methylzellulose-Lösung als Binder mit Verdichtung in einer Matrix und unter anschließender Trocknung hergestellt. Die Einflüsse der Agglomeratgröße und des Bindergehalts auf das Verhalten bei der Druckbeanspruchung wurden mit Hilfe von Druckversuchen analysiert. Damit wurden der Elastizitätsmodul, die Steifigkeit, der Fließdruck und die Festigkeit der Agglo-

merate ermittelt. Die Vergrößerung des Bindergehalts führt zu einer Zunahme der plastischen Steifigkeit, Fließ- und Bruchgrenzen sowie Elastizitätsmodulen.

Mit Hilfe von DEM wurden die Mikrokinematik (Kraftverteilung, Energie-dissipation) und Bruchmechanismen untersucht. Die experimentell ermittelten Eigenschaften wurden als Parameter der Kontakt- und Festkörperbrückenmodelle verwendet. Ein Vergleich der ermittelten Bruchphänomene und Kraft-Weg-Kurven der Agglomerate hat eine gute Übereinstimmung der DEM-Simulation mit dem Experiment gezeigt.

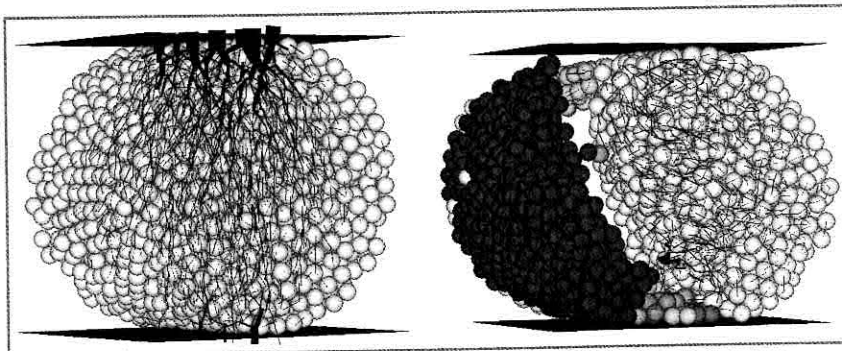


Abbildung. Momentane Aufnahmen der DEM-Simulation des Druckversuches der Al_2O_3 -Agglomerate bei der Beanspruchungsgeschwindigkeit von 0,04 mm/s.

Formulierungstechnologie

V5.16

Fluiddynamische Einflüsse bei der Verarbeitung nanoskaliger Partikelsysteme

Prof. H. Nirschl¹⁾ (E-Mail: hermann.nirschl@mvm.uni-karlsruhe.de), Dipl.-Ing. B. Schäfer¹⁾, Dipl.-Math. techn. F. Keller²⁾, Prof. W. Dörfler²⁾

¹⁾Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik, Universität Karlsruhe, D-76131 Karlsruhe, Germany

²⁾Institut für Angewandte und Numerische Mathematik, Universität Karlsruhe, D-76131 Karlsruhe, Germany

DOI: 10.1002/cite.200950242

In der jüngsten Vergangenheit sind sehr viele Verfahren und Methoden zur Herstellung und Handhabung feiner, nanoskaliger Partikel in den Mittelpunkt der verfahrenstechnischen Forschung und Entwicklung gerückt. Sehr häufig finden die Synthesen in fluiden Medien statt, so dass für die Auslegung von Prozessen und Verfahren die Navier-Stokes-Gleichungen für die strömungsmechanischen Betrachtungen herangezogen werden. Allerdings ist bekannt, dass bereits bei Partikelgrößen unterhalb eines Mikrometers die sich ausbildende Doppelschicht nach der DLVO-Theorie einen ganz wesentlichen Einfluss auf die Struktur

der Agglomerate ausübt. Die Doppelschicht findet jedoch in den strömungsmechanischen Erhaltungsgleichungen keinerlei Berücksichtigung. Dies gelingt nur unter Berücksichtigung einer Erhaltungsgleichung für Ionen, der Nernst-Planck-Gleichung, welche den Ladungstransport um ein Partikel beschreibt, wobei dieser mit den Erhaltungsgleichungen für den Impuls zu koppeln ist.

Beim Übergang auf größere Partikelzahlen ist eine kontinuumsmechanische Simulation nur unter einem erheblichen Rechenaufwand möglich. Hier zeigen sich die Vorteile einer Molekulardynamischen Simulation, bei der zu-

sätzlich die Brownsche Molekularbewegung relativ leicht in die Berechnung mit einbezogen werden kann. Die eigentliche Umströmung von Agglomeraten bzw. die Durchströmung von dünnen Schichten aus nanoskaligen Partikeln kann, nachdem die Struktur und Position der Agglomerate bekannt ist, mit Hilfe einer Lattice-Boltzmann-Methode errechnet werden. Zur Validierung der verwendeten Simulationen dienten Durchströmungszellen, die mit der notwendigen Messtechnik zur Erfassung der Durchströmung nanoskaliger Partikelsysteme ausgestattet wurden.

V5.17

Mikromechanische Eigenschaften und Dispergierbarkeit unterschiedlich gefällter nanostrukturierter Aggregate

Dipl.-Ing. C. Schilde¹⁾ (E-Mail: c.schilde@tu-bs.de), Prof. Dr.-Ing. A. Kwade¹⁾

¹⁾Institut für Partikeltechnik, TU Braunschweig, Volkmaroder Straße 5, D-38104 Braunschweig, Germany

DOI: 10.1002/cite.200950272

Nanopartikel werden industriell häufig durch Fällung mit anschließender Trocknung hergestellt und liegen meist in aggregierter Form vor. Für die Erzielung optimaler Produkteigenschaften werden die Nanopartikel meist in Flüssigkeit wieder redispersiert. Das Dispergierergebnis wird dabei durch das Dispergiergerät sowie durch die Eigenschaften der Aggregate und der flüssigen Phase bestimmt. Vor allem die mikromechanischen Eigenschaften der Aggregate, die wesentlich durch den Herstellungsprozess bestimmt werden,

beeinflussen maßgeblich das Bruchverhalten der Aggregate und damit den Dispergierprozess.

Eine semi-batch-gefällte, nanostrukturierte Kieselsäure wurde in Abhängigkeit von den Fällungsparametern hinsichtlich der mikromechanischen Eigenschaften (Nanoindenter) und der Dispergierbarkeit untersucht. Die mikromechanischen Eigenschaften geben dabei Aufschluss über den Einfluss der Bindungskräfte zwischen den Primärpartikeln und auf die Festigkeit und Dispergierbarkeit der Aggregate. Durch

Dispergierung des gefällten Produktes auf der Makroebene in einem Dissolver und einer Rührwerkskugelmühle wurde zudem der Einfluss der Beanspruchungsintensität und des Beanspruchungsmechanismus untersucht.

Bei der Semi-Batch-Fällung von Kieselsäure führt eine Erniedrigung der Fällungstemperatur von 90 auf 60 °C zu einer Zunahme an Feststoffbrücken innerhalb der Aggregate. Bei zunehmendem Anteil bzw. zunehmender Festigkeit an Festkörperbrücken innerhalb der Aggregate steigt die Festigkeit der Aggregate sowie die plastische und elastische Verformungsarbeit an. Die maximal erreichbare Produktfeinheit und energetische Effizienz des Dispergierprozesses sinkt dabei mit zunehmender Aggregatfestigkeit bzw. mit Erhöhung des Quotienten aus plastischer und elastischer Verformungsarbeit.

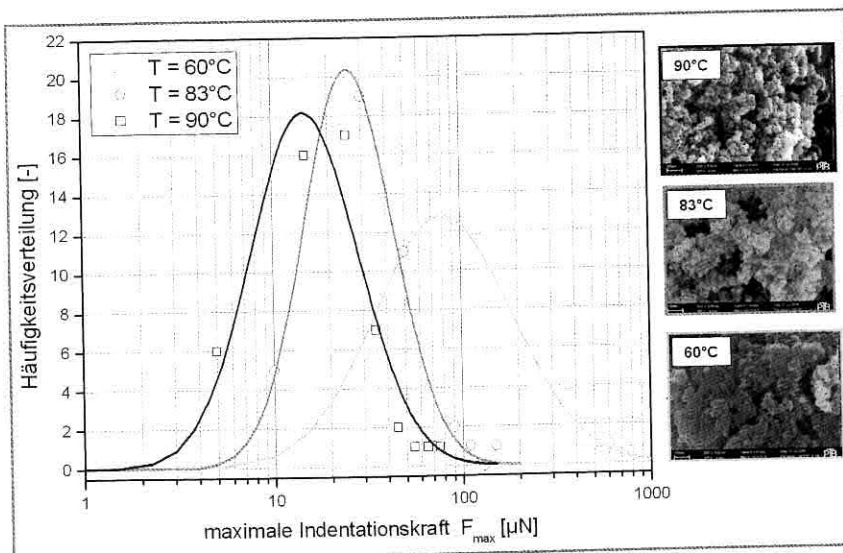


Abbildung. Einfluss der Fällungstemperatur auf die maximale Indentationskraft bei der Nanoindentation.