

Anwendung der Hoch-Gradienten Magnetfiltration und apparative Weiterentwicklung für den Einsatz in der Schmierölreinigung und Bioprozesstechnik

zur Erlangung des akademischen Grades eines
DOKTORS DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN (Dr.-Ing.)

der Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik des
Karlsruher Institut für Technologie (KIT)

genehmigte
DISSERTATION

von
Dipl.-Ing. Katharina Menzel, geb. Wagner
aus Dortmund

Referent: Prof. Dr.-Ing. habil. Hermann Nirschl
Korreferent: Prof. Dr.-Ing. habil. Matthias Franzreb
Tag der mündlichen Prüfung: 27.02.2015

Danksagung

Diese Dissertation entstand im Rahmen meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik in der Arbeitsgruppe „Verfahrenstechnische Maschinen“ des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT).

Zuallererst danke ich Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Hermann Nirschl für seine Unterstützung und das entgegengebrachte Vertrauen. Er übertrug mir interessante Projekte, bestärkte mich und ließ mir den Freiraum, eigene Ideen zu entwickeln und umzusetzen.

Weiter gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Matthias Franzreb mein besonderer Dank für seine fachlichen Anregungen und Hilfestellungen sowie die Übernahme des Korreferats. Insbesondere seine Habilitation, die am Institut für Funktionelle Grenzflächen des KIT durchgeführten Magnetisierungsmessungen und die Überlassung von Apparaten waren für meine Arbeit von großer Bedeutung.

Für die finanzielle Unterstützung bedanke ich mich bei der AiF (Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen „Otto von Guericke“ e.V.) und der Fa. Evonik Industries AG. Der Mandhala- und Aubert-Magnet wurden mit EU-Fördermitteln im Rahmen des MagPro2Life-Projekts gebaut und im Pilotmaßstab eingesetzt.

Die Zusammenarbeit mit verschiedenen Projektpartnern aus Forschung und Industrie hat mir viel Freude gemacht. Ich bedanke mich hier besonders bei Dr.-Ing. Harald Anlauf, Dr.-Ing. Christian Eichholz, PD Dr. habil. Gisela Guthausen, Dr. Helmut Soltner, Dr. Carel Windt, Dr. Aymée Michel und Dr. Armin Schmidt. Ich danke für die experimentelle und fachliche Unterstützung von Anja Paulus, Dr. Johannes Lindner und Ellen Hildebrand.

Einen überaus wichtigen Beitrag zu dieser Arbeit haben die zahlreichen Studierenden durch ihre HIWI Tätigkeiten bzw. Studien-, Bachelor- und Diplomarbeiten geleistet. Ich bedanke mich bei Peter Auderer, Müge Pilavtepe, Frank Feinauer, Henrike Wagner, Albert Kuria, Mark Fresewinkel, Thomas Matuszyk, Doreen Liebich, Steffen Dattinger, Waldemar Hoffmann, Gunnar Erdmann, Hannah Kerssebaum, Sarah Übele, Victor Alvan Amasifuen, Matthias Sentko, Sonja Meier, Stefan Hawel und Konstantin Dudin.

Ohne die Unterstützung der Mitarbeiter des Instituts insbesondere der Techniker, der Mechanischen und Elektrischen Werkstatt sowie der Partikelmesstechnik wären die Experimente, die Konstruktion und der Aufbau des Mandhala-Magneten und der HGMS-Anlagen nicht

möglich gewesen. Ich möchte besonders das Engagement von Hans Guigas hervorheben.

An dieser Stelle danke ich ausdrücklich allen Doktoranden des Instituts für die konstruktive Arbeitsatmosphäre. Ich erinnere mich gerne an die gemeinsamen Diskussionen, die jährlichen Allgäu-Wanderseminare, die Betreuung des Bierbrauprojekts und so manche andere Aktion.

Schließlich danke ich meinen Eltern, dass sie mir durch ihre finanzielle Unterstützung das Studium ermöglicht haben. Sie sind ein großes Vorbild für mich. Diese schriftliche Ausarbeitung wäre nicht ohne die Betreuung von meinem Sohn Luis durch sie und meine Schwiegereltern möglich gewesen. Dafür bin ich von Herzen dankbar.

Meinem Mann danke ich für seinen Rückhalt, seine aufmunternden Worte und sein offenes Ohr. Die Gespräche mit ihm haben mich oft auf neue Ideen gebracht.

Rüsselsheim, im März 2015

Katharina Menzel

Zusammenfassung

Diese Arbeit lässt sich in das Themengebiet der Hoch-Gradienten Magnetseparation (HGMS) einordnen. Sie beinhaltet drei wesentliche Teile, die aufeinander aufbauen.

Nach dem Stand der Forschung existieren zur Abtrennung von Schmierölverunreinigungen mittels HGMS keine Parameterstudien, die den Einfluss der Filtergeometrie, Partikelzusammensetzung und Heteroagglomeration von magnetisierbaren und nichtmagnetisierbaren Partikeln betrachten. Der erste Teil zeigt daher Untersuchungen zu dieser Thematik.

Ein wichtiger Aspekt bei der Anwendung von HGMS - nicht nur zur Schmierölsreinigung, sondern ganz allgemein - ist die Erzeugung des benötigten Hintergrund-Magnetfelds. Der zweite Abschnitt beschäftigt sich mit der Entwicklung zylindrischer Permanentmagneten, die zur Lösung der Scale-up Problematik der Magnete beitragen. Hierbei unterscheidet man zwischen zwei unterschiedlichen Anordnungen, die ein transversales oder longitudinales Magnetfeld hervorrufen, d. h. ein orthogonal oder parallel zur Mittelachse des zylindrischen Magnetinnenvolumens ausgerichtete Magnetfeld.

Im Zusammenhang mit dem transversalen zylindrischen Permanentmagneten existieren bisher keine Gestaltungskonzepte für die Magnetfiltermatrix. Gleichzeitig besteht Optimierungsbedarf hinsichtlich einer effizienten Rückspülbarkeit. Beide Aspekte werden im dritten Teil der Arbeit behandelt. Zusätzlich findet daran anschließend ein Verfahrensnachweis anhand der Proteinaufarbeitung aus Sojamilch statt.

Der prinzipielle Aufbau des HGMS Apparats besteht aus einer Filterkammer, in der magnetisierbare Drähte eingesetzt sind, und einem von außen wirkenden Magnetfeld. In dieser Arbeit kommen Drahtgewebe mit unterschiedlichen Drahtdurchmessern und Maschenweiten zum Einsatz. Sie werden in der Filterkammer übereinanderliegend angeordnet.

Zunächst findet eine Parameterstudie mit verschiedenen einzelnen Abscheidematrixlagen statt. Zum Einsatz kommen Magnetitpartikel (Fe_3O_4), die in einem Modellöl suspendiert vorliegen. Als Ergebnis zeigt sich, dass die Abtrenneffizienz nicht nur eine Funktion der Magnetflussdichte und Strömungsgeschwindigkeit, sondern auch der spezifischen Oberfläche des Drahtgitters ist.

Der Vergleich der experimentellen Ergebnisse mit den Berechnungsergebnissen eines analytischen Ansatzes, basierend auf dem Einfangradius eines Einzeldrahts, ergibt qualitativ eine gute Übereinstimmung. Die Untersuchung des Abtrennverhaltens der Magnetitpartikel und der WEA0 Partikel bei wiederholter Filtration (Multi-pass) ergibt einen Anstieg der Abscheideeffizienz als Funktion der Versuchszeit. Die maximale Abtrenneffizienz der Magnetitpartikel beträgt 94 %, im Fall der WEA0-Partikel erreicht man maximal 67 %. Die chemische Zusammensetzung der abgetrennten WEA0 Partikel entspricht der des Einsatzgutes. Die Probe besteht aus magnetisierbaren und nichtmagnetisierbaren Partikeln, die gemeinsam am Draht abgetrennt werden. Man spricht hierbei von magnetisch-induzierter Heteroagglomeration.

Die Hochgradientenmagnetfiltration (HGMF) arbeitet häufig mit schweren Permanentma-

gneten in C-Form zur Erzeugung eines Magnetfeldes. Das Verhältnis von Magnetgewicht zu Magnetflussdichte ist bei zylindrischen Permanentmagneten viel günstiger. In der vorliegenden Arbeit geht es um einen dipolaren transversalen Mandhala-Magneten (**M**agnetic **A**rrangement for **N**ovel **D**iscrete **H**albach **L**ayout). Er besteht aus ringförmig angeordneten n identischen Magnetblöcken, deren Magnetisierungsrichtung sich um $720^\circ/n$ zwischen zwei benachbarten Magneten ändert.

Die Arbeit zeigt einen Ansatz zur Berechnung der Magnetflussdichte. Ein Optimierungsprogramm, das den genetischen Algorithmus (ga) verwendet, unterstützt die Auslegung und die großtechnische Umsetzung zur Anwendung in der HGMS. Mit dieser Methode lässt sich die erforderliche Menge an magnetischem Material im Rahmen der vorgegebenen Mindestgrenzen von Magnetflussdichte und freier Fläche zur Filtereinführung minimieren. Der in dieser Untersuchung gebaute Mandhala-Magnet erzeugt eine Flussdichte, die ausreicht, um submikrometer große Partikel erfolgreich abtrennen zu können. Er ist kostengünstiger, kompakter und leichter als der vorhandene C-förmige Permanentmagnet.

Andere magnetische Trennverfahren, z. B. die Magnetzentrifugation, erfordern teure und schwere Elektromagnete. Im Hinblick auf Kosten und Gewicht eignet sich auch hier ein zylindrischer Permanentmagnet. Der sogenannte Aubert-Magnet erzeugt ein longitudinales Magnetfeld. Er besteht aus mindestens zwei übereinanderliegenden Ringen, die sich aus mehreren identischen Magnetblöcken zusammensetzen. Ein Ring besitzt divergente und der andere konvergente Magnetisierung im Bezug auf die Magnetzentrumsachse. Die vorliegende Arbeit vergleicht die Berechnung des Magnetfelds mit einem entwickelten analytischen Verfahren auf der Grundlage des Dipolmodells mit der Finite-Elemente-Methode (FEM) und Magnetfeldmessungen. Der analytische Dipolansatz eignet sich aufgrund der guten Übereinstimmung für die Auslegung des Apparats im großtechnischen Maßstab. Der Magnet ist leicht, kompakt und die Magnetflussdichte ist ausreichend hoch für die Magnetseparation. Zudem ist das Magnetkonzept geeignet, um es mit einer vertikal oder horizontal verschiebbaren Abtrennzelle zu betreiben. Ein kontinuierlicher Prozess ist mit einer Magnetzentrifuge denkbar, die einen seitlichen Austrag aufweist.

Die weiterentwickelten zylindrischen Permanentmagneten sind skalierbar und parallelisierbar; das Konzept des Hochgradientenmagnetfilters mit neuer Rückspüleintrichtung eignet sich zudem für den Einsatz im großtechnischen Maßstab. Das Nutzvolumen des Mandhala-Magneten und des Aubert-Magneten lässt sich an die Größenverhältnisse der Trenneinrichtung anpassen. Die Arbeit zeigt den Entwurf eines Mandhala-Magneten und des HGMF im Pilotmaßstab. Außerdem werden Versuche an einem Modellsystem mit Wasser und Magnetpartikeln beschrieben. Im Anschluss daran dienen Versuche mit Sojamilch als Verfahrensnachweis zur Protein-Aufreinigung des Bowman-Birk-Inhibitors, eines Wirkstoffs gegen Krebs und Multiple Sklerose.

Summary

This work contributes to the field of High-Gradient Magnetic Separation (HGMS). It is divided into three parts.

According to the state of the art, there are no parameter studies on the separation of lubricant contamination, which show the influence of filter geometry, particle composition and heteroagglomeration of magnetizable and non-magnetizable particles. The first part, therefore dedicates to this subject.

An important issue of the application of HGMS - not only in lubricant maintenance, but also in biotechnology - is the necessary magnetic background field generation. The second part deals with the development of cylindrical permanent magnets that resolve the scale-up issue of the magnetic field generating device. They are differentiated into transversal and longitudinal magnetic field generating arrangements. The transversal field is orientated perpendicular to the center axis of inner bore volume of the magnet, whereas the longitudinal field is parallel to the center axis.

In relation with the transversal cylindrical permanent magnet there is a lack of design concepts for the separation matrix. At the same time, the filter still has optimization potential regarding efficient back-washing. The third part engages in the solution of both aspects. In addition a process verification takes place by means of protein purification using soy whey as feedstock.

In principle the HGMS set-up consists of a filter chamber with magnetizable wires and a background magnetic field. This work applies wire meshes with various wire diameters and mesh width. They are collocated on top of each other inside the filter. The experimental part deals with the removal of magnetite particles (Fe_3O_4) from a model lubricant oil. Further, solid lubricant contamination particles are extracted from a used wind power plant (WPP) gear oil filter. Firstly, a parameter study using different single separation layers takes place. It shows that the separation efficiency is not only a function of the magnetic flux density and flow velocity, but also of the specific surface of the wire. In order to predict the separation efficiency of different matrices a analytic approach based on the capturing radius of a single wire is used. Experiments and calculation are qualitatively in good agreement.

The investigation of magnetic separation of WPP particles was carried out with ten coarse and fine wire layers. Comparing the obtained separation efficiencies showed that the removal of WPP particles is not as good as that of magnetite particles. Nevertheless, the experiment showed that it is possible to separate solid lubricant contamination from an industrial gear oil to a high amount. The chemical analysis by ICP-OES of the WPP particles before and after HGMS treatment resolves that magnetically induced heteroagglomeration occurs and that the agglomerated particles are captured on the HGMS wire mesh.

Heavy c-shaped type permanent magnets are frequently used to generate the magnetic field for High-Gradient Magnetic filters (HGMF). In terms of magnet weight versus magnetic flux density, cylindrical permanent magnets are much more efficient. The work deals with a

transversal dipolar Mandhala (**M**agnetic **A**rrangement for **N**ovel **D**iscrete **H**albach **L**ayout) magnet. It consists of rings from n identical magnet blocks, whose magnetization direction changes by $720^\circ/n$ between two nearby magnets. The work presents an approach which allows to calculate the magnetic flux density. An optimization program using the genetic algorithm (ga) supports the design and scale-up. It minimizes the magnet material amount for the user fixed minimum constraints of magnetic flux density and open area for filter introduction. The field of the built Mandhala magnet is sufficiently strong to separate submicron magnetic particles with high efficiency. It is more cost-effective, more compact and lighter than c-shaped permanent magnets.

Magnetic Separation processes, such as magnetically enhanced centrifugation (MEC), usually require cost-intensive and heavy electromagnets. Permanent cylindrical magnets providing a comparable longitudinal magnetic field may be more advantageous for these applications both in terms of cost and weight. The so called Aubert magnet is composed of at least two rings on top of each other which incorporate identically-shaped magnet blocks. One ring has divergent and the other a convergent magnetization with respect to the magnet center axis. The work compares two magnetic field calculation methods, namely the analytic approach based on a dipole model and FEM (finite element method). The extended dipole model is in very good agreement with FEM and measurement. Thus it is applicable for the design of large-scale devices. The Aubert configuration is lightweight, compact and its magnetic flux density is sufficiently high for Magnetic Separation. Moreover, the concept is promising for a batch-wise process with a vertical or horizontal movable separation cell. Continuous processing conceivable by a magnetic enhanced centrifuge with side discharge.

Both the permanent magnets and the separation cell of the new design, exhibit favorable characteristics to promote the principle for large-scale separation processes in industry. Firstly, they are both easily scalable or parallelizable. The usable volume of the cylindrical permanent magnet is easily adaptable to the separation device's extensions. The High-Gradient Magnetic Filter has a new backwashing concept. The work presents the pilot scale design of the Mandhala magnet and the HGMF as well as experimental performance tests using a water-magnetic beads model system. Subsequently, experiments using soy-whey as a real feedstock demonstrate the purification of the protein BBI (Bowman-Birk inhibitor), an agent against cancer and multiples sclerosis.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	13
1.1	Einordnung der Arbeit in den derzeitigen Stand der Forschung und Technik	13
1.2	Zielsetzung	15
2	Theoretische Grundlagen, Stand der Technik und Forschung	17
2.1	Magnetismus	17
2.1.1	Magnetische Materialeigenschaften	18
2.1.2	Magnetisierungsmessung	24
2.1.3	Bestimmung der Suszeptibilität und des Demagnetisierungsfaktors	25
2.2	Berechnung von Magnetfeldern	26
2.2.1	Klassisches analytisches Berechnungsmodell	27
2.2.2	Numerische Simulation	27
2.2.3	Dipolansatz	28
2.3	Hoch-Gradienten Magnetseparation (HGMS)	30
2.3.1	Grundprinzip der HGMS	31
2.3.2	Abscheidung am Einzeldraht	32
3	Experimentelle Methoden	37
3.1	Methoden zur Charakterisierung der Abscheideleistung und der Partikeleigenschaften	37
3.1.1	Gravimetrische Bestimmung	37
3.1.2	Trübungsmessung	38
3.1.3	Einzelpartikelzählung	39
3.1.4	Elementaranalyse	41
3.2	Charakterisierung des Rückspülprozesses	41
3.3	Proteinaufreinigung	43
3.3.1	Magnetische Trägerpartikel	43
3.3.2	Bestimmung des Gesamtproteingehalts	44
3.3.3	Bestimmung des Zuckergehalts	44
3.3.4	Analyse der Proteinzusammensetzung und Reinheit	44

I	Untersuchungen zur Abtrennung von Verunreinigungen aus Windenergieanlagengetriebeöl	47
4	Charakterisierung der verwendeten Versuchssubstanzen	49
4.1	Partikelabrieb aus Windenergieanlagengetrieben (WEA)	49
4.1.1	Chemische Zusammensetzung der WEA Partikel	50
4.2	Definition des Modellsystems	55
4.2.1	Eigenschaften des Modellöls	55
4.2.2	Eigenschaften der Partikel	55
5	Versuchsapparaturen und -durchführung	61
5.1	Magnete	61
5.1.1	Elektromagnet	61
5.1.2	Permanentmagnet	62
5.2	Laborfilter und Abscheidematrix	63
5.2.1	Versuchsaufbau	65
5.2.2	Versuchsvorbereitung und Durchführung	67
6	Abtrennung von Verunreinigungen aus Schmier- und Getriebeöl	69
6.1	Abscheidung an Einzeldrahtgewebestufe	69
6.2	Berechnung der Abscheidung an mehreren Drahtgewebestufen	70
6.3	Multi-Pass Versuch	71
6.3.1	Abtrennung der Modellpartikel Alroko M40 LST	72
6.3.2	Abtrennung der Partikel aus dem Windenergieanlagenfilter (WEA0-Partikel)	73
6.3.3	Chemische Analyse der WEA0 Partikel	75
6.3.4	Zusammenfassung und Diskussion	76
6.4	Heteroagglomeration - Modellversuche und Erklärungen	78
6.4.1	Versuchsdurchführung	78
6.4.2	Abtrennergebnisse	79
6.4.3	Verhalten der Partikel im Magnetfeld	80
6.4.4	Zusammenfassung und Diskussion	84
II	Auslegung und Optimierungsrechnung zylindrischer Permanentmagnete	85
7	Transversaler dipolarer Permanentmagnet	87
7.1	Aufbau und analytische Berechnungsmethode	87
7.1.1	Magnetflussdichte entlang der Zentrumsachse	88
7.1.2	Weiterentwicklung der analytischen Berechnungsmethode	89
7.1.3	Verstärkung des Magnetfelds	90
7.2	Scale-up: Kosten und Dimensionierung	93

7.3	Bau, Messung und Vergleich mit dem C-förmigen Permanentmagneten . . .	96
7.3.1	Bau des Mandhala-Magneten	97
7.3.2	Feldmessung und Vergleich mit dem Dipolansatz	98
7.3.3	Vergleich des Mandhala-Magneten mit dem C-förmigen Permanentmagneten	99
7.4	Zusammenfassung	100
8	Longitudinaler dipolarer Permanentmagnet	101
8.1	Aufbau und analytische Berechnungsmethode	101
8.1.1	Magnetflussdichte entlang der Zentrumsachse	102
8.1.2	Magnetfeldverstärkung durch eine zweite Ringstruktur	105
8.2	Validierung der analytischen Berechnungsmethode	109
8.2.1	Die FEM Simulationsmethode	110
8.2.2	Ergebnisse und Vergleich mit FEM Lösungen	110
8.3	Bau, Messung und Vergleich mit dem Elektromagneten	113
8.3.1	Bau des Aubert-Magneten	113
8.3.2	Magnetfeldmessung des Aubert-Magneten	114
8.3.3	Vergleich des Aubert-Magneten mit dem Elektromagneten	116
8.4	Zusammenfassung	120
III	Proteinaufreinigung aus Sojamilke im Pilotmaßstab	121
9	Untersuchung des Betriebsverhaltens im Pilotmaßstab	123
9.1	Pilotanlage	123
9.2	Partikelverlust	125
9.2.1	Durchführung	125
9.2.2	Ergebnisse	126
9.2.3	Fazit	127
9.3	Das Rückspülverhalten	127
9.3.1	Durchführung	127
9.3.2	Versuchsergebnisse	128
9.3.3	Strömungsanalyse und Diskussion	132
9.3.4	Fazit	136
9.4	Sojamilkenprotein-Aufreinigung	136
9.4.1	Durchführung	136
9.4.2	Ergebnisse der Proteinaufreinigung und Diskussion	138
9.4.3	Fazit	144
10	Schlussresümee und Ausblick	147
11	Formelzeichen	151

1 Einleitung

Das Verfahren der Hoch-Gradienten Magnetseparation (HGMS) hat in den letzten Jahren verstärkt Anwendung zur Abtrennung von Feststoffen aus Flüssigkeiten gefunden. Auch wenn bislang die Mineralaufarbeitung der einzige Einsatz von HGMS im industriellen Maßstab ist [77], existieren bereits vielversprechende Entwicklungen von Pilotanlagen im Bereich der Wassertechnologie [24, 25, 51] und Bioprozesstechnik [60]. Häufig verwendet man funktionalisierte magnetische Partikel zur Abtrennung von Proteinen [20, 47], zur Gewinnung von Süßwasser- und Meeresalgen [10] oder als Trägersystem für enzymatisch katalysierte Prozesse [55]. Nach magnetischer Trennung und Auswaschung wird das Produkt durch Elution abgetrennt; die Trägerpartikel sind anschließend rezyklierbar.

Der prinzipielle Aufbau des HGMS Apparats besteht aus einer Filterkammer, in der magnetisierbare Drähte eingesetzt sind, und einem von außen wirkenden Magnetfeld. Der Draht bewirkt die Verzerrung des Magnetfelds und es entstehen hohe Magnetflussdichteunterschiede, d. h. die Magnetflussdichte besitzt hohe Gradienten in der Drahtumgebung. Dies führt zur Anziehung und zum Anhaften von magnetisierbaren Partikeln am Draht. Da die Kraft noch in großer Distanz zum Draht wirkt, ist die Abscheidedrahtstruktur porös gestaltbar, d. h. das Verhältnis von Hohlraum- zu Gesamtvolumen ist sehr hoch (ca. 95 %). Die Abscheidedrahtstruktur (Filtermatrix) besitzt eine hohe Permeabilität und niedrigen Druckverlust.

Aufgrund der günstigen Merkmale der Filtermatrix ist die Verwendung des Verfahrens zur Abtrennung von Verunreinigungen aus Schmier- und Hydraulikölen interessant. Die Verunreinigung des Öls entsteht durch Abrieb, ö unlöslichen thermischen Zersetzungsprodukten von Additiven und herstellungsbedingter Verschmutzung, z. B. Gießsand, Schweißrückstände oder Schleifstoff [16]. Die Partikel setzen sich aus nichtmagnetisierbaren und magnetisierbaren Teilchen zusammen. Die Abtrennung im HGMS ist besonders effektiv, da das Magnetfeld Agglomeration induziert, wodurch selbst submikrometergroße Partikel mit hoher Abscheiderate abtrennbar sind [76]. Des Weiteren scheidet der HGMS Filter auch nichtmagnetisierbare Partikel ab, die gemeinsam mit den magnetisierbaren Partikeln agglomeriert sind [23, 45]. Der Einsatz der HGMS eignet sich für die Schmierölpflege. Sie entlastet konventionelle Tiefenfilter und verlängert so die Wartungsintervalle.

1.1 Einordnung der Arbeit in den derzeitigen Stand der Forschung und Technik

Die Betreiber der Windenergieanlagen (WEA) fordern einen störungsfreien Betrieb. Partikel sind hauptsächlich dafür verantwortlich, dass Getriebe oder Lager ausfallen [59]. Es gilt

daher eine hohe Sauberkeit der Schmieröle zu gewährleisten [71]. Getriebeölüberwachung ist wichtig, um beginnenden Abrieb festzustellen. Durch Filtration des Öles lassen sich größere Schäden vermeiden. Die Norm IEC 61400-4 (2012) schreibt für Getriebeöl von WEA vor, dass die Anzahlkonzentration der Partikel, die größer als $6\ \mu\text{m}$ sind, $640/\text{ml}$ nicht überschreiten darf [15]. Dies entspricht Reinheitsklasse 16, siehe Tabelle A.2 im Anhang. Die größte Herausforderung für die Getriebeölfiltration liegt in der hohen Viskosität des Mediums, bei Betriebstemperaturen zwischen $60 - 70\ ^\circ\text{C}$ liegt sie um $100\ \text{mPa}\cdot\text{s}$. Nach dem Stand der Technik erfolgt die Filtration im Hauptstrom durch einen zweistufigen Filter (Porengröße: $10\ \mu\text{m}$ und $50\ \mu\text{m}$) und/ oder einen Bypassfilter (Porengröße: $5\ \mu\text{m}$) [3]. Die aufwendige Feinstfiltration lässt den Druckverlust schon in kurzer Zeit stark anwachsen, was einen regelmäßigen Filteraustausch notwendig macht.

Einsatz der Magnetseparation zur Schmierölpflege Die Magnetseparation hat bislang nur eine geringe Bedeutung bei der Pflege von viskosen Schmiermitteln. Auf dem Markt findet man nur einige wenige Anwendungen mit Permanentmagneten. Als einfachste Ausführung gilt der Magnetstopfen im Ölsumpf, an ihm lagern sich große magnetisierbare Partikel an. Es sind Magnetabscheider verfügbar, die einen oder mehrere Stäbe aus wechselseitig angeordneten Permanentmagneten besitzen. Die Anlagerung von magnetisierbaren Partikeln findet hauptsächlich an deren Stoßkanten statt. Beispielsweise befindet sich ein solcher Magnetstab innerhalb eines konventionellen Filterelements [61] oder umgeben mit magnetisierbaren Scheiben [49]. Die Permanentmagnetstäbe sind geeignet, um große Mengen magnetisierbarer Späne effektiv einzufangen. Im Gegensatz zur HGMS Technologie besitzen sie jedoch nur örtlich begrenzt, insbesondere an den Stoßkanten der Magnete oder an den Kanten der magnetisierbaren Scheiben, hohe Magnetfeldgradienten. Daher gelingt mit diesen Abscheidern die Abtrennung von Partikeln unter $20\ \mu\text{m}$ nur unzureichend. Nach dem Stand der Forschung existieren zur Abtrennung von Schmierölverunreinigungen mittels HGMS nur einige wenige Arbeiten. Anderson u. a. [2] berichten über die Abtrennung von Abrieb aus Dieselmotor-Getriebeöl im Bypass. Andere Quellen beschäftigen sich hauptsächlich mit dem Viskositätseinfluss auf die Effektivität der HGMS. So untersuchte McNeese u. a. die Partikelbeladung des Einzeldrahts im Bereich zwischen 1 und $163\ \text{mPa}\cdot\text{s}$ [53, 52]. Sie verwendeten eine Glycerol-Wasser Lösung in verschiedener Konzentration, um die Viskosität einzustellen. Cummings [13] analysierte den Einfangbereich eines Einzeldrahts im viskosen Strömungsfeld. Mishima u. a. [57] verwendeten einen supraleitenden Magneten zur Separation von $1 - 10\ \mu\text{m}$ großen, paramagnetischen Edelstahlpartikeln, die in einem viskosen Polyvinylalkohol (PVA) Fluid ($1000\ \text{mPa}\cdot\text{s}$) vorlagen. Sie variierten die magnetische Flussdichte von $0 - 3\ \text{T}$ und die Strömungsgeschwindigkeit zwischen 35 und $105\ \text{mm}/\text{s}$. Die gezeigten Experimente ergaben eine maximale Abtrenneffizienz von $88\ \%$.

Erzeugung des benötigten Hintergrundfelds Ein wichtiger Aspekt bei der Anwendung von HGMS - nicht nur zur Schmierölsreinigung, sondern ganz allgemein - ist die Erzeugung des benötigten Hintergrund-Magnetfelds. Nach dem bisherigen Stand der Technik und Forschung ist es üblich, Elektromagnete oder Permanentmagnete zu verwenden. Der

Einsatz von Elektromagneten im Dauerbetrieb ist nur bei wirksamer Kühlung (z. B. mit Wasser oder Luft) möglich, gleichzeitig sind die Betriebskosten wegen der hohen elektrischen Leistungsaufnahme hoch. Die Verwendung von supraleitenden Magneten, insbesondere die sogenannten cryogenfreien oder Hochtemperatur-Supraleiter (HTS), ist nur dann zweckmäßig, wenn sehr kleine, schwach magnetisierbare Partikel abzutrennen sind. Auch wenn HTS gegenüber Elektromagneten vergleichsweise niedrige Betriebskosten besitzen und ein sehr viel höheres Feld erzeugen können [72], so ist doch die Anschaffung sehr teuer [12]. Die Verwendung von Permanentmagneten für die HGMS ist vorteilhaft. Bisher ist die Verwendung der C-Form (Hufeisenform) bekannt [24, 32]. Sie ist mit Polkappen und einem Eisenjoch ausgerüstet, wodurch sie groß und schwer ist.

Effizienter sind zylindrische Permanentmagnete, die die HGMS Trennzelle umgeben. Sie sind aufgrund ihres Verhältnisses von erzeugter magnetischer Flussdichte zum Gewicht des eingesetzten Magnetmaterials deutlich effizienter. Sie bestehen aus Ringen, die aus einzelnen Permanentmagneten zusammengesetzt sind. Hierbei unterscheidet man zwischen zwei unterschiedlichen Anordnungen. Der Mandhala-Magnet (**M**agnetic **A**rrangement for **N**ovel **D**iscrete **H**albach **L**ayout) erzeugt ein dipolares transversales Magnetfeld, d. h. orthogonal zur Mittelachse des zylindrischen Magnetinnenvolumens. Im Gegensatz dazu bewirkt der sogenannte Aubert-Magnet ein longitudinales dipolares Magnetfeld, das parallel zur Magnetachse verläuft.

Downstream-Processing eines pharmazeutischen Wirkstoffs Die Verwendung der HGMS zur Proteinabtrennung besitzt wirtschaftliches Potential. Dazu gibt es in den letzten Jahren eine Vielzahl von Veröffentlichungen, die den Einsatz des Verfahrens im Labormaßstab [6, 39, 47] und Pilotmaßstab [60] zeigen. In dieser Arbeit geht es speziell um die Aufarbeitung des Bowman-Birk-Inhibitors (BBI) aus Sojamolke. BBI ist ein Proteasehemmer, der bei Multipler Sklerose und Krebs wirksam ist [22]. Sojamolke ist ein Nebenprodukt bei der Sojaverarbeitung und steht damit in großen Mengen günstig zur Verfügung. Der Einsatz von magnetischen Trägerpartikeln mit selektiver Oberflächenfunktionalisierung ermöglicht eine wirksame Adsorption des Inhibitors aus der Sojamolke.

1.2 Zielsetzung

Die vorliegende Dissertation gliedert sich in drei Schwerpunkte. Der erste Teil beschäftigt sich mit der Anwendung des HGMS Verfahrens zur Abtrennung von Partikeln aus viskosen Ölen. Vorangegangene Arbeiten von Eichholz [19] und Stolarski [75] verwendeten hauptsächlich Elektromagnete zur Magnetseparation. Im Hinblick auf die in dieser Arbeit relevanten Anwendungsgebiete ist der Einsatz zylindrischer Permanentmagnete anzustreben. Der zweite Teil dient der Auslegung und Berechnung des transversalen Mandhala-Magneten und der Übertragung sowie Erweiterung des Berechnungsmodells auf den longitudinalen Aubert-Magneten. Die Arbeit schließt im dritten Teil mit einer Weiterentwicklung des HGMS Filters zur verbesserten Rückspülbarkeit und dem Praxiseinsatz des Mandhala-Magneten zur Abtrennung von BBI aus Sojamolke ab. Die Zielsetzung der drei Schwerpunkte lautet:

a) Welchen Einfluss haben die Drahtgeometrie, die Magnetflussdichte und die Strömungsgeschwindigkeit auf die Abtrennung von magnetisierbaren Partikeln aus Getriebeöl? Ist die Abtrennung von Schmierölverunreinigungen mittels HGMS aus einem viskosen Öl möglich?

Eine detaillierte Parameterstudie soll herausarbeiten, welchen Einfluss die Drahtgeometrie, Magnetflussdichte und Strömungsgeschwindigkeit auf die Abtrennung aus Getriebeöl hat. Die Charakterisierung des Öls und der im Öl vorkommenden Partikel hinsichtlich Größe und magnetischer Eigenschaft ist wichtig, um ein Modellsystem definieren zu können. Begleitend zu den Versuchen soll geklärt werden, ob die theoretische Betrachtung des Abscheidevorgangs mittels eines analytischen Modells zur Auslegung des Magnetabscheiders dienen kann. Eine weitere Fragestellung ist, ob neben den magnetisierbaren Abriebpartikeln auch nichtmagnetisierbare Partikel abtrennbar sind. Verschiedene chemische Elementaranalysemethoden stehen zur Verfügung.

b) Kann die longitudinale und transversale Permanentmagnetanordnung den C-förmigen Permanentmagneten und den Elektromagneten ersetzen?

Der zweite Teil befasst sich mit dem grundlegenden Aufbau zylindrischer Permanentmagnete und zeigt die Berechnungsmöglichkeit mit Hilfe eines erweiterten Dipolansatzes. Ziel ist es, einen analytischen Ansatz zu finden, der sich zur Berechnung der Magnetflussdichte im Zentrum der Magnete eignet und Scale-up Optimierungsrechnungen ermöglicht. Mit Hilfe des Ansatzes soll es möglich sein, ausgehend von der gewünschten Filterfläche und Magnetflussdichte, den Magnetmaterialeinsatz zu minimieren. Zur Validierung dienen Magnetfeldmessungen und FEM Simulationen.

c) Ist der Mandhala-Magnet und die Pilot-HGMS für die Abtrennung von Protein aus Sojamilch geeignet?

Die konventionelle HGMS ist ein diskontinuierliches Verfahren, bei dem die Trennung und Rückspülung der Magnetpartikel im Wechsel stattfindet. Um die HGMS im industriellen Maßstab einsetzen zu können, muss nicht nur die Magnetfelderzeugung kostengünstig und skalierbar, sondern auch eine Filterzelle mit geeigneter Reinigungseinrichtung vorhanden sein. Durch den Einsatz des Mandhala-Magneten und anhand des neuen Konzepts des Hoch-Gradienten Magnetfilters soll gezeigt werden, dass das Verfahren sich für den Einsatz im großtechnischen Maßstab eignet. Die Bewertungskriterien sind die Trennleistung und das Rückspülverhalten. Abschließend erfolgt die Abtrennung von BBI aus Sojamilch mit Hilfe magnetischer Ionenaustauscherpartikel. Ziel ist es, aus einem Abfallstrom, der bei der Verarbeitung von Sojaprodukten anfällt, das Protein selektiv abzutrennen. Die Beurteilung des Prozesses erfolgt im Hinblick auf den Protein- und den Saccharosegehalt der Zu- und Abflüsse. In diesem Teil soll durch die Experimente die Wirksamkeit der neuen Magnetkonfiguration verifiziert werden.

2 Theoretische Grundlagen, Stand der Technik und Forschung

Die Magnetseparation ist ein Themengebiet, das das Verständnis des physikalischen Phänomens des Magnetismus und seiner Wirkung auf Materie voraussetzt. Die Zielsetzung dieses Kapitels ist es daher, die für die Magnetseparation relevanten Begriffe zu definieren und das verfügbare theoretische und empirische Wissen zur Lösung der Problemstellung einzuordnen.

2.1 Magnetismus

Das Themengebiet Magnetismus ist in zahlreicher einschlägiger Fachliteratur ausführlich behandelt. Das vorliegende Kapitel orientiert sich an [28], [66] sowie [26] und fasst für das Verständnis der vorliegenden Arbeit die wichtigsten Punkte zusammen. Die Darstellung vektorieller Größen erfolgt durch fettgedruckte Zeichen.

Ein Magnetfeld wirkt in der Umgebung eines Permanentmagneten, eines stromdurchflossenen Leiters und bei zeitlicher Änderung eines elektrischen Felds. Die mathematische Beschreibung des Magnetismus geht auf die Gleichungen von Maxwell und einigen Erhaltungsgleichungen zurück. Ganz allgemein ist das Magnetfeld durch die zwei Feldvektoren, die Magnetfeldstärke \mathbf{H} und die Magnetflussdichte \mathbf{B} , definiert.

Um eine Vorstellung von den beiden Größen zu bekommen, betrachtet man einen geraden, unendlich langen, mit dem Strom \mathbf{I} durchflossenen Leiter. Dieser erzeugt ein tangenciales Feld, das proportional zum Kehrwert des Abstands r zwischen Betrachtungspunkt und Leiterachse ist. Die Richtung des Stromflusses und die des tangential dazu zirkulierenden Magnetfelds bilden zusammen eine Rechtsschraube [66]. In diesen Fall gilt für die magnetische Feldstärke H

$$H = \frac{I}{2\pi r}. \quad (2.1)$$

Ein Magnetfeld, das die Magnetflussdichte von 1 T (Tesla) aufweist, ist so stark, dass es einen stromdurchflossenen (1 A), 1 m langen Leiter (der Länge L_1) mit der Kraft F von 1 N orthogonal zum Feld und zur Leiterrichtung auslenken kann. Die drei Vektoren von Magnetfeld-Stromfluss-Kraft bilden zusammen ein Rechtsdreiein und für die Magnetflussdichte B kann man

$$B = \frac{F}{IL_1}. \quad (2.2)$$

schreiben.

Der Zusammenhang der Größen \mathbf{H} und \mathbf{B} im Vakuum lautet:

$$\mathbf{H} = \frac{\mathbf{B}}{\mu_0}. \quad (2.3)$$

Die Vakuumpermeabilität μ_0 , die auch als magnetische Feldkonstante bezeichnet wird, ist eine Naturkonstante:

$$\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \frac{\text{Vs}}{\text{Am}}. \quad (2.4)$$

2.1.1 Magnetische Materialeigenschaften

Die genaue Kenntnis der Magnetisierung erleichtert die Einschätzung der Abtrennbarkeit der Partikel durch die Magnetseparation. Daher ist die Beschreibung der unterschiedlichen magnetischen Materialeigenschaften wichtig.

Materie beeinflusst ein Magnetfeld und wird im Gegenzug ebenfalls von ihm beeinflusst [28]. Bringt man Materie in ein Magnetfeld, dann erzeugen die auf atomarer Ebene auftretenden Kreisströme (Spins der Elektronen) ein magnetisches Dipolmoment \mathbf{p}_m . Die Dichte des magnetischen Dipolmoments nennt man Magnetisierung \mathbf{M} .

Es gilt

$$\mathbf{M} = \mathbf{p}_m/V \quad (2.5)$$

Gebräuchlich ist auch die Angabe der spezifischen Magnetisierung σ , da sie messtechnisch einfacher erfassbar ist (vgl. Abschnitt 2.1.2). Sie ergibt sich aus der Division des magnetischen Dipolmoments durch die Probenmasse m .

$$\sigma = \mathbf{p}_m/m \quad (2.6)$$

Die Magnetisierung \mathbf{M} und die spezifische Magnetisierung σ sind über die Stoffdichte ρ ineinander umrechenbar.

Allgemein ist \mathbf{M} über die magnetische Suszeptibilität χ verknüpft und es gilt

$$\chi = \frac{\partial M}{\partial H}. \quad (2.7)$$

Die Suszeptibilität χ der meisten Stoffe ist konstant; die der ferro-, ferri- und antiferromagnetischen Materialien ist jedoch von der Magnetfeldstärke und zusätzlich von der Form und Abmessung des Werkstoffs abhängig. Die Herleitung befindet sich im Abschnitt 2.1.3.

Gebräuchlich ist die Angabe der relativen Permeabilität μ_r . Es gilt

$$\mu_r = (1 + \chi). \quad (2.8)$$

Die Magnetflussdichte im Inneren des Stoffes \mathbf{B}_i ist das Resultat der Überlagerung von dem äußeren Magnetfeld mit der Magnetfeldstärke \mathbf{H}_0 und der dadurch hervorgerufenen

Magnetisierung \mathbf{M} . Es gilt daher

$$\mathbf{B}_i = \mu_0(\mathbf{H}_0 + \mathbf{M}) \quad (2.9)$$

und nach Umformung erhält man

$$\mathbf{B}_i = \mu_0\mu_r\mathbf{H}_0. \quad (2.10)$$

Diamagnetismus

Der Diamagnetismus als Phänomen tritt bei allen Materialien auf, ist aber nur bei diamagnetischen Stoffen direkt beobachtbar. Erfährt ein Stoff in einem Magnetfeld eine Kraft, die in Richtung abnehmender Magnetfeldstärke wirkt, so ist dessen Permeabilität kleiner als die des Vakuums $\mu < \mu_0$, d. h. $\mu_r < 1$ und man nennt den Stoff diamagnetisch.

Atome der diamagnetischen Stoffe haben abgeschlossene Elektronenkonfigurationen, d. h. alle Schalen und Unterschalen sind vollständig besetzt oder sie besitzen nur gepaarte Elektronen. Für das Verständnis der Auswirkung eines Magnetfelds genügt die klassische Vorstellung von Elektronen als umlaufende Punktladungen mit ihrer entsprechenden Masse. Die umlaufende Elektronenladung entspricht einer Stromschleife, die ein Magnetfeld erzeugt, man nennt es magnetisches Bahndrehmoment. Die umlaufende Elektronenmasse verursacht einen Bahndrehimpuls. Durch das äußere Magnetfeld präzedieren die Elektronenspins um die \mathbf{B} -Richtung mit der Larmor-Frequenz $\omega = em^{-1}B$ wie ein Kreisel. Diese induzierten Kreisströme erzeugen ein Magnetfeld, das dem äußeren Magnetfeld entgegengesetzt wirkt: Es entstehen nicht permanente magnetische Dipolmomente. Beispiele für diamagnetische Stoffe sind Edelmetalle, Ionenkristalle und als Spezialfall Supraleiter.

Paramagnetismus

Im Gegensatz zu diamagnetischen Stoffen erfährt ein paramagnetischer Stoff im Magnetfeld eine Kraft in Richtung zunehmender Feldstärke. Die Permeabilität eines paramagnetischen Materials ist größer als die des Vakuums $\mu > \mu_0$, d. h. $\mu_r > 1$.

Der Effekt tritt dann auf, wenn nicht alle Orbitale vollständig besetzt sind und dadurch nicht kompensierte Bahn- und Spinmomente mit dem jeweiligen Drehimpuls vorhanden sind. Auf atomarer Ebene besitzen alle Elektronen ein magnetisches Dipolmoment. Das heißt, es existieren permanente intrinsische magnetische Dipolmomente, die aber durch ein äußeres Magnetfeld nicht einfach parallel zu diesem ausgerichtet werden können. Aufgrund der Quantenmechanik sind für die damit verbundenen Drehimpulse nur zwei diskrete magnetische Zustände parallel und antiparallel zum äußeren Magnetfeld erlaubt. Die Besetzung des niedrigen Energieniveaus (parallel zum äußeren Magnetfeld) erfolgt bei niedrigen Temperaturen, das höhere Energieniveau (antiparallel zum äußeren Magnetfeld) wird mit zunehmender Temperatur belegt. Die Zunahme der Temperatur wirkt sich daher durch eine Abschwächung der Kraft auf den paramagnetischen Stoff in Richtung zunehmender Feldstärke aus und die Suszeptibilität sinkt. Dieses Phänomen ist durch das Curie-Gesetz

beschreibbar:

$$\chi = \mu_0 n_A \frac{p_m^2}{3kT} = \frac{C}{T} \quad (2.11)$$

mit der Atomanzahldichte n_A , der Boltzmann-Konstante k und der absoluten Temperatur T . Die Gleichung kann durch die Zusammenfassung der Natur- und Materialkonstanten zu der Curie-Konstante C vereinfacht werden.

Ferromagnetismus

Ferromagnetische Eigenschaften besitzen nur wenige elementare Stoffe, die in der Natur vorkommen. Darunter zählt man Eisen, Nickel, Kobalt und einige Lanthanoide (Seltene Erden). Durch Legierungen dieser Stoffe mit anderen Metallen erhält man eine große Anzahl ferromagnetischer Materialien. Es existieren aber auch Legierungen, die keine der ferromagnetischen Elemente enthalten. Als Beispiel gilt die Kombination aus Cu, Mn und Al, die auf Heusler u. a. [31] zurückgeht.

Die Erklärung für das magnetische Verhalten ergibt sich aus dem Atommodell von Bohr-Sommerfeld. Es besagt, dass sich die Elektronen der Elemente in Orbitalen um den Atomkern befinden. Jedes Orbital kann zwei Elektronen unterschiedlicher Spins aufnehmen. Zunächst werden die energiearmen Orbitale und anschließend die energiereichen besetzt. Die meisten Elemente (außer Edelgase) weisen ein teilbesetztes Orbital auf, welches das maximale Energieniveau des jeweiligen Elements besitzt. Sie kommen in der Natur nicht als einzelnes Atom, sondern immer nur mit mindestens einem anderen Element vor. Durch diese chemische Verbindung kommt es zur Überlappung und damit zu einer virtuellen Auffüllung des jeweils energiereichsten Orbitals. Dadurch besitzt das Molekül kein nach außen hin resultierendes Magnetfeld.

Die Ausnahme stellen insbesondere die Elemente Fe, Co, Ni (3d) und Seltene Erden (4f) dar. Sie besitzen freie Elektronenplätze in einem geschützten Zwischenorbital. Beispielsweise verhindert bei Eisen das 4s Orbital den Elektronenaustausch des 3d Orbitals. Eine chemische Reaktion führt daher nicht zur vollständigen „Auffüllung“ dieser Zwischenorbitale und die Materie weist nach außen ein resultierendes Magnetfeld auf.

Das Phänomen „Ferromagnetismus“ ist ein quantenmechanischer Effekt, der durch die spontane parallele Ausrichtung der magnetischen Spinmomente (Elektronen mit Eigendrehimpuls) über einen größeren Bereich im Kristallgitter erklärbar ist. Die Bereiche gleicher Spinmomentrichtung nennt man „Weissche-Bezirke“. Eine Voraussetzung für das Auftreten von Ferromagnetismus ist das Verhältnis von Atomabstand im Kristall zum Radius der nicht-abgeschlossenen Schale. Es darf weder zu groß sein, da sonst die Kopplung zu schwach ist und Paramagnetismus auftritt, noch zu klein sein, weil eine zunehmende Niveaufspaltung Antiferromagnetismus energetisch begünstigt. Des Weiteren wirkt der spontanen Magnetisierung die Wärmebewegung entgegen, die die Ordnung der magnetischen Spinmomente auf den Gitterplätzen durcheinander bringt. Bei der kritischen Temperatur, der Curie-Temperatur T_C , verschwindet die Ordnung vollständig, das Material hat nun paramagnetische Eigenschaften.

Die Ausrichtung der magnetischen Spinmomente parallel zum äußeren Magnetfeld bewirkt eine Magnetisierung des Materials. Erhöht man das Magnetfeld, so wachsen die Bereiche im Kristallgitter, die parallel zum Magnetfeld ausgerichtet sind und die Magnetisierung steigt bis zu einer Sättigungsmagnetisierung M_s an. In diesem Zustand sind alle Spinmomente parallel zum Feld angeordnet. Senkt man die Magnetfeldstärke wieder, bleibt eine höhere Magnetisierung als zuvor bei gleichem Feld. Nimmt man es schließlich vollständig weg, bleibt eine Restmagnetisierung, die sogenannte Remanenzmagnetisierung M_r , zurück. Die Remanenz verschwindet wieder, sobald man die Probe mit einem gegenläufigen Magnetfeld, der sogenannten Koerzitivfeldstärke $-H_c$, beaufschlagt. Mit zunehmendem Gegenfeld $-H$ erreicht man eine Magnetisierung in Gegenrichtung, bis auch hier eine Sättigung $-M_s$ eintritt. Kehrt man nun wieder die Magnetfeldrichtung um und steigert das Feld, so entsteht eine Hysteresekurve mit den Achsen-Schnittpunkten $-M_r$ und H_c .

Zur Erklärung, warum eine solche Hysteresekurve beim Auf- und Abmagnetisieren entsteht, muss man die Phänomene im Kristallgitter betrachten. In einem Kristall existiert eine bestimmte Vorzugsrichtung, in der die spontane Magnetisierung auftritt. Beispielsweise bei Eisen mit einem kubischen Gitter sind es die Würfelkanten. Bringt man das Kristall in ein äußeres Magnetfeld, so wachsen die Bereiche mit günstiger Ausrichtung zum Feld zunächst durch Gitterwandverschiebungen, bei höheren Feldern dann auch durch Gitterdrehungen. Den Veränderungen im Kristallgefüge wirken elastische und inelastische Spannungen entgegen. Insbesondere Fremdatome sind dafür verantwortlich, dass Verschiebungen und Drehungen erst nach Erreichen eines kritischen Felds und damit einer kritischen Gitterspannung stattfinden. Bei Senkung des Magnetfelds werden die elastischen Verschiebungen rückgängig gemacht, nicht aber die inelastischen. Sie sind für die Remanenz verantwortlich und erklären das Hystereseverhalten von ferromagnetischen Materialien.

Antiferromagnetismus Antiferromagnetische Stoffe sind Materialien, die eine kritische Temperatur, die sogenannte Néel-Temperatur T_N , besitzen. An diesem Punkt ist die Suszeptibilität maximal, unter und oberhalb dieser Temperatur sinkt sie ab. Bei tiefen Temperaturen sind benachbarte Spinmomente antiparallel ausgerichtet und haben damit keine Wirkung nach außen. Mit zunehmender Temperatur wird diese Ordnung durcheinandergebracht und bricht bei der Néel-Temperatur völlig zusammen. Oberhalb der kritischen Temperatur sind die Spins der thermischen Bewegung ausgeliefert und das Material verhält sich wie ein Paramagnetikum.

Ferrimagnetismus Ein Ferrimagnetikum ist ein Stoff, in dessen Gitterstruktur die Spinmomente ebenfalls antiparallel ausgerichtet, gleichzeitig aber unterschiedlich groß sind. Die Spins kompensieren sich daher nur zum Teil und zeigen ein ähnliches Verhalten wie ferromagnetische Stoffe, besitzen jedoch eine geringere Sättigungsmagnetisierung als diese. Ferrimagnetika sind Materialien, die Spinellstruktur aufweisen und allgemein mit der chemischen Formel $Me^{2+}O \cdot Fe_2O_3$ beschreibbar sind. Me steht für ein zweiwertiges Metall, z. B. Fe, Mg, Mn, Co oder Ni. Ein technisch wichtiger Stoff ist Magnetit (Fe_3O_4). Die Kristallstruktur ist in zwei Untergitter unterteilbar, die jeweils parallel ausgerichtete Spin-

momente aufweisen. Untereinander sind die beiden Gitter jedoch antiparallel angeordnet. Zur Verdeutlichung sind in der Abb. 2.1 acht kubisch raumzentrierte Gitter zu sehen. In jeder Gittermitte befindet sich ein zweiwertiges Metall, die Gitterecken besetzen die dreiwertigen Eisenatome. Verbindet man nun gedanklich die zweiwertigen Metallatome und die dreiwertigen Eisenatome jeweils untereinander, so entstehen zwei Gitter, die kubische Form haben. Es ist erkennbar, dass die Spinnmomente beider Untergitter entgegengesetzt angeordnet sind und zudem einen unterschiedlich hohen Betrag aufweisen, der durch die Pfeillänge verdeutlicht dargestellt ist.

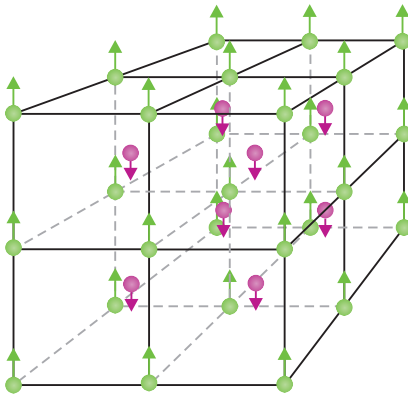


Abb. 2.1 Acht kubisch raumzentrierte Gitter, die in zwei kubische Untergitter unterteilbar sind: Die lila bzw. dunkel markierten Atome verbinden die raumzentrierten Gitter und die grün bzw. hell abgebildeten Atome sind in acht kubische Gitter unterteilbar. Die Spinnmomente der beiden Untergitter sind entgegengesetzt und betragsmäßig unterschiedlich.

Magnetmaterialien Abbildung 2.2 zeigt einen Überblick über die magnetischen Eigenschaften von verschiedenen Materialien und Werkstoffe. Die Sättigungsmagnetflussdichte $\mu_0 M_s$ und die Koerzitivfeldstärke H_c der Materialien sind angegeben.

Das in dieser Arbeit als Modellsystem zum Einsatz kommende Magnetit gilt als weichmagnetisch und gehört zu den Ferriten. Es besitzt gegenüber Magnetwerkstoffen eine geringere Sättigungsmagnetisierung. In der Abb. 2.2 sind einige Beispiele für verschiedene Stahlsorten eingezeichnet. In fast allen Fällen ist der Stahl weichmagnetisch, da er eine geringe bis mittlere Koerzitivfeldstärke (0,5–5 E4 A/m) besitzt. Je nach Legierung unterscheiden sich die Stahlsorten hinsichtlich ihrer Korrosionsbeständigkeit und Sättigungsmagnetisierung. Der Zusatz von Ni in Ni-Fe ist beispielsweise in Federstahl vorhanden. Die Legierung mit Kohlenstoff führt zu sehr harten, wenn auch spröden Materialien. Gesinterte Materialien findet man in Getriebebauteilen, meist sind sie zusätzlich vergütet oder mit Kohlenstoff einsatzgehärtet. Die Abbildung zeigt außerdem eine Reihe von Magnetmaterialien, die unter anderen zu den sogenannten Heusler Magneten [31] gehören. Im Laufe der Jahre fand man hartmagnetische Stoffe, die eine immer größere Sättigungsmagnetflussdichte aufweisen. Seltenerden Permanentmagneten (SE, z. B. SmCo oder NdFeB) haben gegenüber älteren Magnetmaterialien, wie AlNiCo, zwei entscheidende Vorteile. Sie besitzen eine große

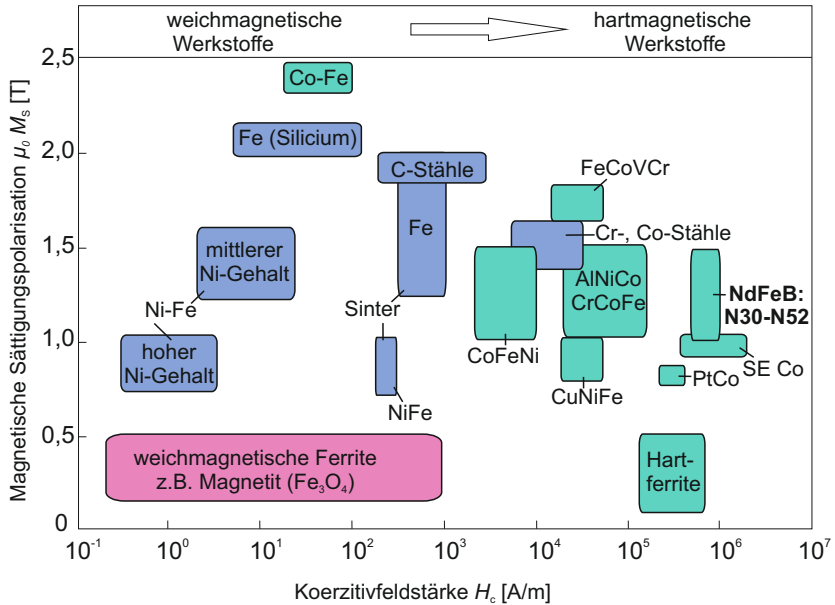


Abb. 2.2 Magnetmaterialien (Türkis) und Werkstoffe von Maschinenelementen (Blau). Die weichmagnetischen Ferrite (Magenta) sind als funktionalisierte Partikel zur Abtrennung von Proteinen im Einsatz. Abbildung in Anlehnung an [66] mit eigenen Daten ergänzt.

intrinsische Dipolmomentdichte; zudem führen hohe interne und externe entgegengerichtete Felder kaum zur Entmagnetisierung des Materials. Die zylindrischen Permanentmagneten (Mandhala- und Aubert-Magnet) sind mit NdFeB Magneten bestückt. Das Material zeichnet sich durch eine sehr hohe magnetische Energiedichte aus. Die Curie Temperatur liegt recht niedrig, ohne besondere Legierung unter 100 °C. Zusätze wie das ebenfalls zu den Lanthanoiden gehörende Dysprosium heben die Temperaturstabilität an, verteuern das gesamte Material. Ein sparsamer Materialeinsatz ist daher unabdingbar.

Die zur Zeit verfügbaren stärksten NdFeB-Magnete für den Einsatz bis zu 120 °C entsprechen der Ausführung N48H ($B_r \approx 1,4$ T, abhängig vom Lieferanten). N ist die Abkürzung für den NdFeB-Magnettyp. Die Zahl steht für die maximale magnetische Energiedichte $(B \times H)_{\max}$ in Mega-Gauss Oersted (MGOe) ausgedrückt. Dabei ist 1 MGOe (cgs-Einheiten) gleich $10^2/4\pi$ kJ/m³ (SI-Einheiten) (chinesische Norm). Der folgende Buchstabe gibt die Temperaturfestigkeit an (hier H für hoch, d. h. einsetzbar bis 120 °C).

2.1.2 Magnetisierungsmessung

Die Magnetisierungskurve eines Produkts lässt sich beispielsweise durch eine Messung mit einem „Alternating Gradient Magnetometer“ (AGM) bestimmen. Zum Einsatz kommt das PMC MicroMagTM 2900 Series am Institut für funktionelle Grenzflächen (IFG, KIT). Der Messaufbau ist in Abb. 2.3 dargestellt.

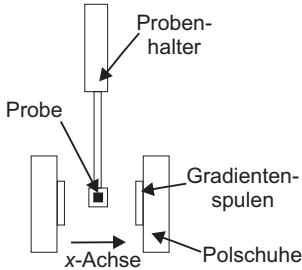


Abb. 2.3 Prinzip des Alternating Gradient Magnetometer (AGM) zur Bestimmung der Magnetisierungskurve.

Das Messprinzip basiert auf der Magnetisierung einer Probe in einem statischen Magnetfeld und der Überlagerung mit einem alternierenden Magnetfeld. Der dadurch entstehende Feldgradient, der proportional zum magnetischen Dipolmoment p_m ist, erzeugt eine wechselnde Kraft. Die Auslenkung der Probe wird auf ein piezoelektrisches Element übertragen und es entsteht eine Spannung, die aufgezeichnet wird. Die Spannungsamplitude ist somit proportional zum magnetischen Dipolmoment p_m . Dividiert man p_m mit der Probenmasse m , erhält man die spezifische Magnetisierung σ (siehe Gl. 2.6). Um die Suszeptibilität χ nach Gl. 2.7 berechnen zu können, benötigt man die Magnetisierung M . Sie ist durch Multiplikation der spezifischen Magnetisierung σ mit der Stoffdichte des Materials ρ erhältlich:

$$M = \sigma \rho. \quad (2.12)$$

Als Beispiel ist in Abb. 2.4 die Magnetisierungskurve des synthetischen Magnetits dargestellt. Es handelt sich um einen weichmagnetischen Stoff, da die Remanenz M_r und die Koerzitivfeldstärke H_c gering sind. Die Sättigungsmagnetisierung ist mit M_s gekennzeichnet. Im Gegensatz zum weichmagnetischen Material besitzt ein hartmagnetischer Stoff eine hohe Remanenz und Koerzitivfeldstärke. Permanentmagnete sind daher hartmagnetisch.

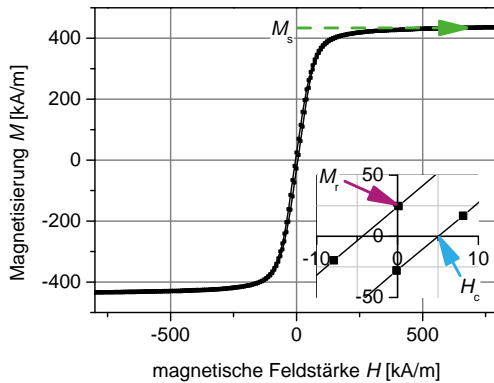


Abb. 2.4 Hysteresekurve von Magnetit mit angegebener Sättigungsmagnetisierung M_s , Remanenz M_r und Koerzitivfeldstärke H_c .

2.1.3 Bestimmung der Suszeptibilität und des Demagnetisierungsfaktors

Für die meisten Materialien sind χ bzw. μ_r unabhängig von der Magnetfeldstärke konstant, nicht aber für ferro-, ferri- und antiferromagnetische Materialien. Für diese Materialgruppe ist die Suszeptibilität wie in Gl. 2.7 definiert.

Die Suszeptibilität χ hängt von den Materialabmessungen und der -form ebenso wie von der Magnetisierungsrichtung ab. Im Allgemeinen ist sie eine Funktion der wahren (oder intrinsische) Suszeptibilität χ_t und des Demagnetisierungsfaktors N_m ; sie lautet [77]

$$\chi = \frac{\chi_t}{1 + N_m \chi_t}. \quad (2.13)$$

Die wahre Suszeptibilität χ_t ist eine Funktion der wahren Magnetisierung M_t und der Hintergrundmagnetflussdichte B_0 :

$$\chi_t = M_t \mu_0 / B_0. \quad (2.14)$$

Die wahre Magnetisierung M_t wird mittels einer Magnetisierungskurve an einer Probe bestimmt, die keinen Demagnetisierungseffekt aufweist. Die kann beispielsweise ein zylindrischer Ring oder annähernd ein Längszylinder, der in axialer Richtung magnetisiert ist, sein.

Der Demagnetisierungsfaktor ist dimensionslos und nimmt einen Wert zwischen 0 und 1 an. Die einschlägige Literatur unterscheidet zwischen dem magnetometrischen und dem fluxmetrischen (oder ballistischen) Demagnetisierungsfaktor N_m und N_f . N_m ist aus dem Mittelwert der Magnetisierung über die gesamte Probe ermittelbar. Zur Bestimmung der Magnetisierung eignen sich Magnetometermessungen an kleinen Proben (z. B. durch AGM, siehe Abschnitt 2.1.2). N_f bezieht sich auf einen Mittelwert der Magnetisierung in der Mittelebene der Probe und zur Messung dieser bieten sich kurze Suchspulen an.

Chen u. a. [11] berechneten ihn für Zylinder mit Hilfe eines eindimensionalen und eines zweidimensionalen Modells. Verschiedene Autoren [78, 1, 67] berichten über die analytische Lösung im Fall von quadratischen Stäben für $\chi_t \rightarrow 0$ und $\chi_t \rightarrow \infty$. Pardo u. a. [63] berechneten den Demagnetisierungsfaktor in Abhängigkeit von der Suszeptibilität χ_t mit Hilfe von FEM.

Der Entmagnetisierungsfaktor hängt vom Längenverhältnis L/D oder L/a ab, wobei L die Länge in Magnetisierungsrichtung und D der Zylinderdurchmesser ist. Bei einem viereckigen Stab kann ein äquivalenter Durchmesser als

$$D = \sqrt{\frac{4ac}{\pi}} \quad (2.15)$$

mit den Seitenlängen a bzw. c [24] gewählt werden.

Bei diamagnetischem und paramagnetischem Material ist die wahre Suszeptibilität sehr niedrig, $\chi_t \rightarrow 0$. Für schwach magnetisiertes ferro- oder superparamagnetisches Material gilt $\chi_t \rightarrow \infty$.

2.2 Berechnung von Magnetfeldern

Im Allgemeinen lassen sich elektromagnetische Felder mit Hilfe der vier Maxwell'schen Gleichungen und zweier Zustandsgleichungen bestimmen. Auf eine ausführliche Beschreibung der Herleitung dieser wird hier verzichtet; sie ist in einschlägigen Fachbüchern nachschlagbar [41]. Das Feld von Permanentmagneten ist stromlos und zeitunabhängig. Für die Berechnung von magnetostatischen Problemen reichen daher folgende zwei Gleichungen

$$\nabla \times \mathbf{H} = \mathbf{M}, \quad (2.16)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{B} = 0 \quad (2.17)$$

$$(2.18)$$

und die Zustandsgleichung

$$\mathbf{B} = \mu_0(\mathbf{H} + \mathbf{M}). \quad (2.19)$$

Die Magnetfeldberechnung von Seltenen Erden Magneten ist exakt mit einem der folgenden vier Ansätze lösbar: (i) Beschreibung der Magnetkonfiguration mit Hilfe eines analogen elektrischen Schaltkreises; (ii) analytische Lösung mit Hilfe der Maxwell'schen Gleichungen; (iii) Reduzierung auf Verteilungen gleichwertiger Poldichte und Verwendung des Gesetzes nach Coulomb oder Biot-Savart; sowie (iv) FEM [9, 26, 42, 48].

Der Dipolansatz ist eine weitere analytische Methode, Magnetanordnungen zu berechnen. Er dient in dieser Arbeit der Berechnung der Magnetflussdichte im Zentrum der zylindrischen Permanentmagneten. Das Konzept besitzt den Vorteil, dass es für Dimensionierungsrechnungen verwendbar ist. Um den klassischen analytischen Ansatz und die numerische Simulation mit dem Dipolansatz vergleichen zu können, geben die folgenden Abschnitte einen Überblick über die drei Modelle. Abschließend ist der relative Fehler des Dipolansatzes

als Funktion des relativen Abstandes zwischen Magnetoberfläche und Betrachtungspunkt dargestellt.

2.2.1 Klassisches analytisches Berechnungsmodell

Furlani [26] zeigt zwei Möglichkeiten zur Berechnung magnetischer Materialien. Das Strom- und das Ladungsmodell basieren auf den Maxwell'schen Gleichungen. Das Strommodell geht von der Annahme aus, dass der Permanentmagnet durch eine Verteilung von gleichwertigem Strom ersetzt werden kann. Das Ladungsmodell reduziert einen Permanentmagneten auf eine Verteilung gleichwertiger „magnetischer Ladungen“. Im Folgenden sind die wichtigsten Formeln des Ladungsmodells und die Lösungen für einen zylindrischen und einen rechtwinkligen Magneten, deren Dimensionen in Abb. 2.5 gezeigt sind, aufgeführt. Die Magnetfeldstärke \mathbf{H} ist der negative Gradient des magnetischen Potentials φ_m :

$$\mathbf{H} = -\nabla\varphi_m. \quad (2.20)$$

Man nimmt näherungsweise an, dass die Magnetisierung innerhalb des Volumens des Magneten homogen ist. Es gilt

$$\varphi_m(\mathbf{x}) = \frac{1}{4\pi} \oint_S \frac{\mathbf{M}(\mathbf{x}') \cdot \mathbf{u}}{|\mathbf{x} - \mathbf{x}'|} ds'. \quad (2.21)$$

Das magnetische Potential ist abhängig von der Magnetisierung des Magneten \mathbf{M} , dem Betrachtungspunkt \mathbf{x} und dem Quellenpunkt \mathbf{x}' . S ist die Oberfläche des Volumens V_m und \mathbf{u} ist der nach außen gewandte Einheitsvektor orthogonal zur Oberfläche S . Die Magnetisierung ist auf das Volumen des Magneten beschränkt und fällt außerhalb abrupt auf null ab [26].

Die Lösung für einen zylindrischen Magneten ergibt

$$B_{z,0}(z) = \frac{B_r}{2} \left[\frac{z + L}{\sqrt{(z + L)^2 + (D/2)^2}} - \frac{z}{\sqrt{z^2 + (D/2)^2}} \right]. \quad (2.22)$$

Die magnetische Flussdichte, die von einem rechtwinkligen Körper entlang der Flächennormalen z hervorgerufen wird, ist

$$B_{z,0}(z) = \frac{B_r}{\pi} \left[\arctan \left(\frac{(z + L) \cdot \sqrt{(a/2)^2 + (c/2)^2 + (z + L)^2}}{ac/4} \right) - \arctan \left(\frac{z \cdot \sqrt{(a/2)^2 + (c/2)^2 + z^2}}{ac/4} \right) \right]. \quad (2.23)$$

2.2.2 Numerische Simulation

Als Grundlage der numerischen Simulation dient die klassische Elektrodynamik mit den Maxwell'schen Gleichungen. Für diese Arbeit ist lediglich die stromlose Magnetfeldbe-

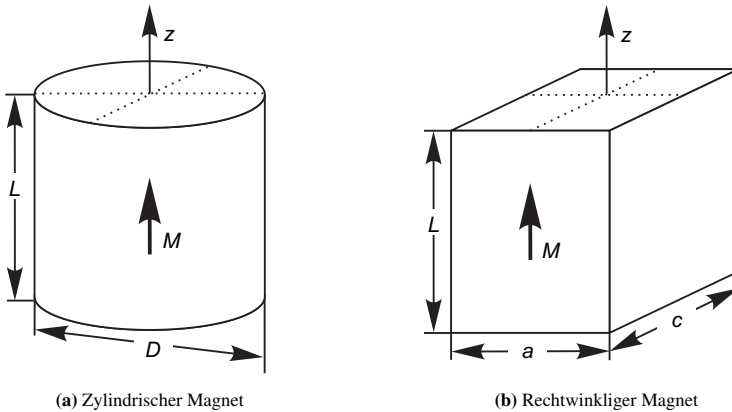


Abb. 2.5 Geometrische Abmaße und Magnetisierungsrichtung.

rechnung relevant. Die Durchführung der Simulation erfolgte mit COMSOL Multiphysics [83]. Zur Festlegung der Materialeigenschaften diente das Ampèresche Gesetz im Magnetfeld Modul (mf). Die Materialeigenschaften von Eisen und Luft sind durch die Beziehung $\mathbf{B} = \mu_0 \mu_r \mathbf{H}$ mit der isotropen relativen Permeabilität von Eisen $\mu_r = 4000$ und Luft $\mu_r = 1$ festgelegt. Insbesondere für Eisen gilt dieser Zusammenhang nur, solange keine Sättigung auftritt. Das NdFeB Magnetmaterial ist durch die Beziehung $\mathbf{B} = \mu_0 (\mathbf{H} + \mathbf{M})$ und die Magnetisierung $1,4 \text{ T}/\mu_0$ definiert.

2.2.3 Dipolansatz

Der Dipolansatz basiert auf der Annahme, dass ein würfelförmiges Materialvolumen durch einen punktförmigen Dipol ersetzbar ist. Der Dipol besitzt das magnetische Moment $\mathbf{p}_m = M V_m$ und liegt im Zentrum des Körpers mit dem Volumen V_m . Die magnetische Flussdichte, die durch einen Dipol hervorgerufen wird, ist wie folgt definiert

$$\mathbf{B}(x, y, z) = \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{3(\mathbf{p}_m \mathbf{u}) \mathbf{u} - \mathbf{p}_m}{R^3}. \quad (2.24)$$

Sie beinhaltet die Vakuumpermeabilität $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ N/A}^2$, den Magnetisierungsvektor \mathbf{p}_m , den Einheitsvektor \mathbf{u} , der vom Betrachtungspunkt $P(x, y, z)$ zum Dipolzentrum $O(x, y, z)$ zeigt, und den Abstand R zwischen diesen beiden Punkten [38].

Betrachtet man das Magnetfeld eines Würfelmagneten, der entlang der z -Achse magnetisiert

ist und legt den Betrachtungspunkt auf die Magnetisierungsachse, so gilt

$$B_{z,0}(z/a) = \frac{B_r}{2\pi \left(\frac{z}{a} + \frac{1}{2} \right)^3}. \quad (2.25)$$

Die Gleichung beschreibt die Flussdichte als Funktion des relativen Abstands z/a . Dies ist ein klarer Gegensatz zu der klassischen analytischen Lösung (siehe Gl. 2.23) oder auch zur numerischen Berechnung. Beide sind eine Funktion sowohl des Abstands z als auch der Seitenlänge a des Magneten.

Das Magnetfeld einer Anordnung, die aus n diskreten, kubischen Magneten besteht, ist durch die Summe der Feldwirkung jedes einzelnen Dipols beschreibbar [65]:

$$\mathbf{B} = \frac{\mu_0}{4\pi} \sum_{i=0}^{n-1} \frac{3(\mathbf{p}_{m,i} \mathbf{u}_i) \mathbf{u}_i - \mathbf{p}_{m,i}}{R^3}. \quad (2.26)$$

Indem man einen beliebig geformten Magneten in Würfeln unterteilt und anschließend die Wirkung der einzelnen Dipole zusammen addiert, sind selbst komplexeste Geometrien näherungsweise berechenbar.

Vergleich des Dipolansatzes mit klassischer analytischer Lösung und FEM Simulation

Der relative Fehler des Dipolansatzes ist beispielhaft an einem Würfelmagneten mit Seitenlänge a von 35 mm gezeigt. Er berechnet sich durch den Vergleich der exakten Lösung des Magnetfelds (Ladungsmodell und FEM) mit der Dipolapproximation. Abbildung 2.6 zeigt die magnetische Flussdichte eines Würfels mit der Seitenlänge $a = 35$ mm und der Remanenz $B_r = 1,4$ T entlang der relativen Flächennormalen z/a . Zusätzlich ist der relative Fehler bzw. die relative Abweichung der Dipolannäherung dargestellt.

Es ist klar erkennbar, dass der Fehler an der Oberfläche des Magneten über 60 % beträgt und mit zunehmendem Abstand stark abfällt. Bei $z/a = 0,5$ beträgt er noch 15 % und bei $z/a > 1$ ist der Fehler lediglich 4 %. Es ist daher ersichtlich, dass die Gültigkeit des Dipolansatzes nur dann gegeben ist, wenn der Betrachtungspunkt ausreichend weit vom Dipol entfernt liegt.

Bei zylindrischer Anordnung interessiert meist die Magnetflussdichte im Zentrum. Um den relativen Fehler auf ein gewünschtes Maß zu beschränken, legt man den relativen Abstand zwischen Zentrum und Magnetdipolzentrum $(2z + a)/2a$ fest. Mit Hilfe der in Teil II für die Seitenlänge a entwickelten Formeln (Gl. 7.2, Gl.7.9, Gl.7.4 und Gl. 8.6) erhält man die Mindestanzahl an Würfelmagneten innerhalb eines Kreises n .

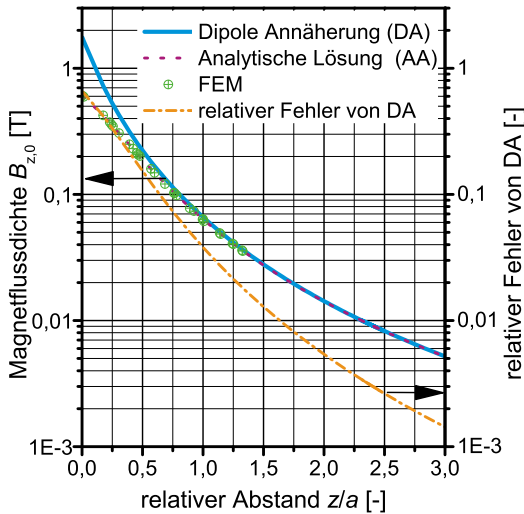


Abb. 2.6 Magnetflussdichte eines Würfels mit Seitenlänge $a = c = L = 35$ mm und Remanenz $B_r = 1,4$ T. Vergleich der Dipolapproximation (Gl. 2.25), der magnetostatischen Lösung (Gl. 2.23) und der FEM Simulation. z/a ist der relative Abstand zwischen der Magnetoberfläche und dem Betrachtungspunkt in Magnetisierungsrichtung.

2.3 Hoch-Gradienten Magnetseparation (HGMS)

Die Filtrationswirkung eines HGMS-Filters basiert hauptsächlich auf der magnetischen Kraft, die Partikel in Richtung eines ferromagnetischen Drahtes bewegt und dort zur Abscheidung führt. Die Magnetkraft F_m , die auf ein magnetisierbares Teilchen wirkt, ist auf die Änderung der magnetischen Feldenergie U im System zurückzuführen [77]. Es gilt

$$\mathbf{F}_m = -\nabla U = -\nabla \left(\frac{1}{2} (\mathbf{H}\mathbf{B})V \right). \quad (2.27)$$

In erster Näherung kann man annehmen, dass die magnetische Feldenergieänderung der Differenz zwischen der magnetischen Feldenergie des Fluids U_f und der des Partikels U_p entspricht. Diese Vereinfachung ist insbesondere für schwach magnetisierbare Partikel gültig [27]. Allgemein folgt aus den Maxwell'schen Gleichungen [41], dass ein linear isotropes Material, welches sich in einem zeitlich konstanten Magnetfeld befindet, die magnetische Energie U_i ($i = p$ für Partikel bzw. $i = f$ für Fluid)

$$U_i = \frac{1}{2} \mu_0 \mu_{r,i} H^2 V \quad (2.28)$$

besitzt. $\mu_{r,i}$ bezeichnet die relative Permeabilität des Partikels bzw. des Fluids. Generell gilt hier die Annahme, dass die relative Permeabilität des Partikels größer ist als die des Fluids. Die Änderung der magnetischen Feldenergie U im System durch Einbringung des

magnetischen Partikels mit dem Volumen V_p ist dann

$$U = U_f - U_p = \frac{1}{2} \mu_0 V_p H^2 (\mu_{r,f} - \mu_{r,p}) \quad (2.29)$$

und die magnetische Kraft auf den Partikel ist

$$\begin{aligned} \mathbf{F}_m &= \frac{1}{2} \mu_0 V_p (\mu_{r,p} - \mu_{r,f}) \nabla H^2 \\ &= \mu_0 V_p (\mu_{r,p} - \mu_{r,f}) H \nabla H \\ &= V_p (B_p - B_f) \nabla H \\ &= V_p \mu_0 ((H + M_p) - (H + M_f)) \nabla H. \end{aligned}$$

Wenn gilt, dass die Magnetisierung der Partikel M_p sehr viel größer als die des Fluids M_f , ist kann man die Gleichung wie folgt umformen

$$\mathbf{F}_m = \mu_0 V_p M_p \nabla H. \quad (2.30)$$

Die wirksame Kraft zur Abscheidung magnetisierbarer Partikel ist demnach proportional zu deren Volumen V_p und zur Magnetisierung M_p (Materialeigenschaften) sowie zum Gradienten der Magnetfeldstärke ∇H . Die Magnetisierung der Partikel hängt von der Magnetfeldstärke ab und ist mit Hilfe von Magnetisierungsmessungen bestimmbar. Der Gradient der Magnetfeldstärke lässt sich durch apparatetechnische Anpassungen (z. B. Drahtdurchmesser) steuern.

2.3.1 Grundprinzip der HGMS

In Abb. 2.7a ist das Grundprinzip der Hoch-Gradienten Magnetseparation dargestellt. In ein äußeres Magnetfeld ist eine ferromagnetische bzw. super-paramagnetische Matrix (z. B. Stahlwolle oder Drahtgeflecht) eingebracht. Die Graphik zeigt vereinfacht den Querschnitt eines Einzeldrahts. Durch den magnetisierbaren Draht sind die Magnetfeldlinien verzerrt und es bilden sich Gradienten der magnetischen Feldstärke H um diesen aus. Der Magnetfeldgradient ∇H ist direkt proportional zu der magnetischen Kraft (siehe Gl. 2.30).

In Abb. 2.7b ist ein Schnitt aus einer FEM Simulation mit der Magnetfeldstärke H um einen Einzeldraht dargestellt [83]. Para- und ferromagnetische Partikel lagern sich im Bereich positiver magnetischer Feldgradienten $H \uparrow$ an. In diesem Gebiet nimmt die Feldstärke in Richtung des Drahtes zu. Die Anlagerung von diamagnetischen Partikeln findet im Bereich negativer magnetischer Feldgradienten $H \downarrow$ statt.

Das Filtrationsverhalten ist mit dem des klassischen Tiefenfilter vergleichbar. Die Beladungsfront schiebt sich mit der Zeit in Richtung Filterausgang und die Filterkapazität ist nach der Beladung aller Drähte erschöpft. Der HGMS Filter hat gegenüber klassischen Tiefenfiltermedien (Membran, Vlies) den Vorteil, dass er viel offenerporiger gestaltbar ist und dadurch sein Druckverlust niedriger ist.

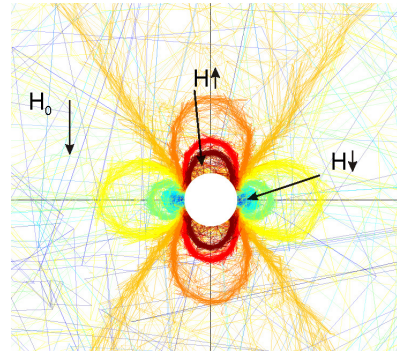
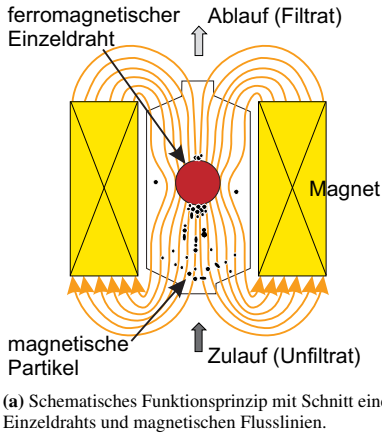


Abb. 2.7 Prinzip der HGMS und Schnitt des ferromagnetischen Drahtes mit Magnetfeldstärke. Der Draht führt zur Verzerrung des Hintergrundfelds H_0 , sodass in gekennzeichneter Pfeilrichtung ein Bereich zunehmender Magnetfeldstärke $H \uparrow$ und abnehmender Magnetfeldstärke $H \downarrow$ entsteht. Das Feld im Drahtinneren ist ausgeblendet.

2.3.2 Abscheidung am Einzeldraht

Zur Beschreibung der Vorgänge im Magnetseparator gehen die meisten Arbeiten von einem ferromagnetischen Einzeldraht im Magnetfeld aus, der von einem Fluid mit magnetisierbaren Partikeln umströmt ist [27, 81, 77]. Die Modelle unterscheiden hier drei Fälle, die die Anordnung zwischen Strömungsrichtung, Draht und Magnetfeld beschreiben. Sie sind in Abb. 2.8 veranschaulicht. Die Richtung des Hintergrundmagnetfelds mit der Feldstärke H_0 zeigt immer orthogonal zur Drahtachse. Der Drahtradius ist mit a definiert. Die Anströmrichtung mit der Geschwindigkeit v_0 ist entweder parallel zum Hintergrundfeld (longitudinal), orthogonal zu diesem und dem Draht (transversal) oder parallel zur Drahtachse (axial) angeordnet. Im Fall der longitudinalen und transversalen Konfiguration verläuft die Strömungsrichtung orthogonal zur Drahtachse und es gelten daher für beide Fälle dieselben hydrodynamischen Bedingungen. Aus diesem Grund sind in der Literatur diese zwei Fälle oft zusammengefasst.

Die Vorgänge im HGMS lassen sich durch die Berechnung der Partikelbahnen beschreiben. Hierbei bedient man sich der Hydrodynamik bei der Umströmung des zylindrischen Drahtes und der Magnetfeldauswirkung auf Draht und Partikel. Die Berechnung ist durch numerische Simulation durchführbar [46].

In erster Näherung kann man auch ohne exakt berechnete Partikelbahnen eine Aussage darüber treffen, ob die Magnetseparation gelingt. Dies ist der Fall, wenn die Magnetkraft gegenüber den anderen externen Kräften überwiegt. Aus der Kräftebilanz errechnet man eine

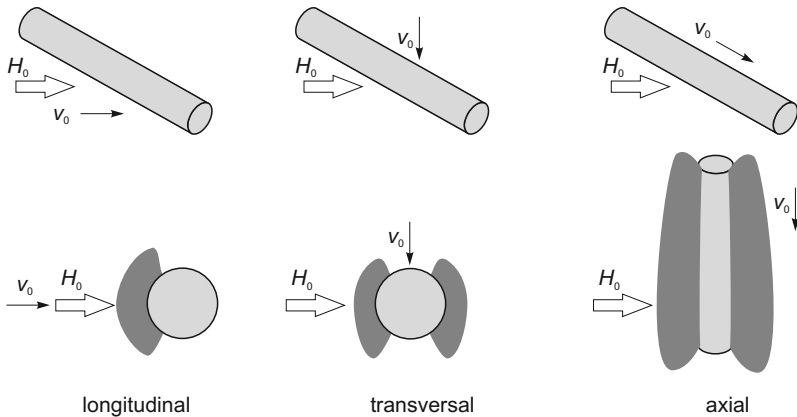


Abb. 2.8 Unterscheidung der drei grundlegenden Anordnungen zwischen dem Abscheidendraht, der Magnetfeldrichtung H_0 und dem Anströmgeschwindigkeitsvektor v_0 . Die unteren Schnittdarstellungen zeigen die jeweils zugehörige schematische Partikelanlagerungszone.

magnetische Geschwindigkeit v_m und vergleicht sie mit der ungestörten Anströmgeschwindigkeit v_0 . Ist das Verhältnis größer eins, gelingt die Magnetseparation bei ausreichender Filterlänge. Die Herleitung der magnetischen Geschwindigkeit berücksichtigt die hydrodynamische und magnetische Kraft. Die Strömung wird oft als inkompressibel und reibungsfrei berechnet, da man von schleichende Drahtumströmung ausgeht [24].

In dieser Arbeit erfolgt lediglich die theoretische Betrachtung der longitudinalen Konfiguration. Die Definition der wichtigsten Gleichungen ist im folgenden Kapitel dargestellt. Auf die Beschreibung für die axiale Anordnung sei auf die Quellen [24, 27] verwiesen.

Magnetische Geschwindigkeit in Drahtnähe bei longitudinaler und transversaler Konfiguration Die maximal auftretende magnetische Geschwindigkeit in unmittelbarer Drahtnähe ist definiert als [81, 24]:

$$v_m = \frac{2}{9} \mu_0 \Delta \kappa M_D H_0 \frac{x^2}{a \cdot \eta} \quad (2.31)$$

mit der Differenz der Volumenssuszeptibilität der Partikel und des Fluids $\Delta \kappa$, der Drahtmagnetisierung M_D , der magnetischen Feldstärke H_0 , dem Partikelradius r , dem Drahtradius a und der dynamischen Viskosität des Fluids η .

Berechnung der Abscheideeffizienz und des Trenngrads Die theoretische Vorhersage der Abscheideeffizienz E ist ein wichtiges Werkzeug, um das Abtrennergebnis zu

optimieren und die Separationsmatrixgeometrie und die Filterlänge auf das abzutrennende System anzupassen. Im Folgenden sind die verwendeten Gleichungen dargestellt, die zur Vorausberechnung der Abscheideeffizienz einer bzw. mehrerer Stufen dienen.

Zur analytischen Beschreibung der Trenneffizienz dient bei longitudinaler und transversaler Anordnung der Einfangradius R_c . Meist wird er als eine auf den Drahtradius a normierte Größe angegeben. Er beschreibt den Abstand vom Drahtmittelpunkt, den eintreffende Partikel haben dürfen, um gerade noch zum Draht gezogen zu werden und dort haften zu bleiben. In Abb. 2.9a ist ein Drahtquerschnitt mit dem Radius a mit zugehörigem Einfangradius R_c gezeigt. Die Einfangfläche einer Drahtmasche A_c ist in Abb. 2.9b dargestellt. Der HGMS Filter besteht aus mehreren übereinanderliegenden Drahtgewebeschichten. Bei erfolgreicher Magnetseparation sinkt die Partikelkonzentration kontinuierlich entlang der Filterlänge mit jeder Gitterstufe ab. Dies ist in Abb. 2.9c durch den Pfeilfarbverlauf von dunkel (rot) nach hell (rot) dargestellt.

Geht man von Potentialströmung aus, gilt näherungsweise, dass Viskositätseffekte gegenüber der Partikelträgheit vernachlässigbar sind. Gerber und Birss [27] leiteten aus der Kräftebilanz den Einfangradius her. Sie unterschieden zwei Bereiche, nämlich $v_m/v_0 > \sqrt{2}$ und $v_m/v_0 \leq \sqrt{2}$. Die hier dargestellte Form ist eine Abschätzung unter Vernachlässigung der kurzreichenden Komponenten der Magnetkraft ($M_{s,D} \ll H_0$). Es handelt sich um eine Minimalabschätzung des Einfangradius.

$$\frac{R_c}{a} \cong \left\{ \begin{array}{ll} \frac{3}{4} \sqrt{3} \left(\frac{v_m}{v_0} \right)^{\frac{1}{3}} \left[1 - \frac{2}{3} \left(\frac{v_m}{v_0} \right)^{-\frac{2}{3}} \right] & \text{wenn } \frac{v_m}{v_0} > \sqrt{2} \\ \frac{1}{2} \frac{v_m}{v_0} & \text{wenn } \frac{v_m}{v_0} \leq \sqrt{2} \end{array} \right\}. \quad (2.32)$$

Die Einfangfläche A_c einer Drahtmasche ist durch einfache geometrische Überlegungen nach Abb. 2.9b berechenbar. Man lässt hier der Einfachheit halber die Drahtkrümmung, die aufgrund der Gewebestruktur vorhanden ist, unberücksichtigt. Dies führt tendenziell zu einer Überschätzung der Einfangfläche, da der Bereich der Krümmung nicht orthogonal zum Magnetfeld verläuft.

Bezieht man die Einfangfläche A_c auf die Gesamtfläche einer Drahtmasche A_t , so ist die Berechnung des Trenngrads $T_j(x_i)$ einer einzelnen Drahtmatrixstufe möglich

$$T_j(x_i) = \frac{A_c(R_c(x_i))}{A_t}. \quad (2.33)$$

Zur Berechnung des Trenngrads von mehreren hintereinander geschalteten Stufen N , wie in Abb. 2.9c schematisch dargestellt, bedient man sich Gl. 2.34. Es wird berücksichtigt, dass

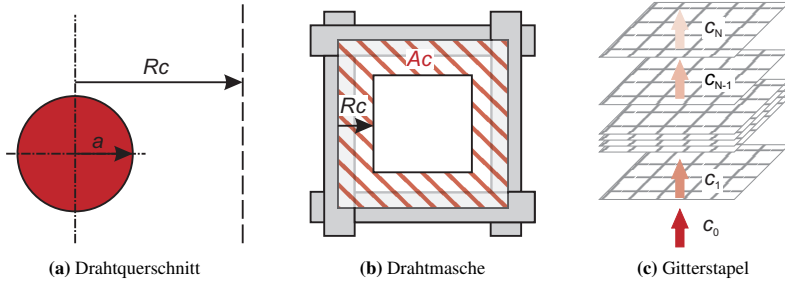


Abb. 2.9 Schematische Darstellung eines Drahtquerschnitts mit Radius a und Einfangradius Rc , einer Drahtmasche mit der Einfangfläche Ac bei longitudinaler und transversaler Konfiguration von Magnetfeld und Draht sowie ein aus N Gitterstufen zusammengesetzter Stapel mit von unten nach oben abnehmender Partikelkonzentration $c_0, c_1, \dots, c_{N-1}, c_N$.

sich die Konzentration nach jeder Stufe um den Anteil der abgeschiedenen Partikel ändert.

$$T(x_i) = 1 - \prod_{j=1}^N (1 - T_j(x_i)). \quad (2.34)$$

Die Bestimmung der Abscheideeffizienz E erfolgt durch Aufsummierung des Trenngrads für alle Partikelfractionen größer als x_i gewichtet mit dem anzahlmäßigen Anteil Q_0 der jeweiligen Partikelgrößenfraktion und der Eingangskonzentration c_0

$$E(x \geq x_i) = \sum_{j=i}^{\max} T(x_j) \cdot (Q_0(x_j) - Q_0(x_{j-1})) \cdot c_0. \quad (2.35)$$

Die beschriebenen Gleichungen gelten jeweils nur für den Anfangszustand der Separation, d. h. das Abscheidegitter ist unbeladen. Sobald Partikelanlagerung stattgefunden hat, verändert dies die Geometrie und physikalischen Eigenschaften der Separationsmatrix und damit das Magnetfeld in dessen Umgebung. Die Berechnungsformeln können außerdem nicht den dynamischen Prozess der Beladung und des Konzentrationsverlaufs im Filter und den des Filtrats abbilden. Dazu eignet sich die Filtergleichung, die auf die Massenbilanz für ein differentielles Filterelement zurückgeht [17, 18].

3 Experimentelle Methoden

Das vorliegende Kapitel zeigt einen Überblick der verwendeten Methoden der experimentellen Teile I und III. Die Abscheideleistung hängt stark von den Partikeleigenschaften ab. Der Abscheidung im HGMS Filter folgt die Rückspülung der Partikel von der Matrix. Eine effiziente Auswaschung der Partikel aus der Separationskammer ist insbesondere für die Bioseparation notwendig. Das Kapitel endet mit den verwendeten Methoden zur Charakterisierung der Sojamilkproteinreinigung.

3.1 Methoden zur Charakterisierung der Abscheideleistung und der Partikeleigenschaften

Zur Beurteilung der Versuche dient die Abscheideeffizienz E . Sie ist wie folgt definiert

$$E = 1 - \frac{c}{c_0} \quad (3.1)$$

mit der Partikelkonzentration c im Filtrat bzw. c_0 im Unfiltrat.

Der Trenngrad T gibt die Abtrenneffizienz in Abhängigkeit des Äquivalentdurchmessers x an. Es ist also möglich, aus dem Trenngrad abzulesen, welche Partikelfraktion einer bestimmten Größe abtrennbar ist und welche im Filtrat zurückbleibt.

$$T(x) = 1 - \frac{c(x)}{c_0(x)}. \quad (3.2)$$

Zur Bestimmung muss die Partikelkonzentration $c(x)$ in jeder Partikelgrößenfraktion x sowohl im Filtrat als auch im Unfiltrat bekannt sein.

Zur Beurteilung der Abscheideeffizienz und des Trenngrads kommen verschiedene Methoden zum Einsatz, die die Konzentration im Unfiltrat und Filtrat messen. Die chemische Zusammensetzung, Größenverteilung und Magnetisierbarkeit sind Partikelcharakteristika, die für die Interpretation der Messergebnisse wichtig sind.

3.1.1 Gravimetrische Bestimmung

Zur gravimetrischen Bestimmung kommt eine Analysenwaage (Sartorius LE225D-0CE), die in einem Klimaraum mit definierter Temperatur und Luftfeuchte (20 °C, 40 %) steht, zum Einsatz. Die Messung von wässrigen Suspensionen ist einfach durchführbar. Dazu wiegt man ein leeres Probengläschen (m_g), anschließend das Probengläschen inklusive

Suspension (m_s), lässt das Wasser im Trockenschrank verdampfen und bestimmt zuletzt das Gewicht der übriggebliebenen Trockensubstanz im Probengefäß (m_t). Die Konzentration ist

$$c = \frac{m_t - m_g}{m_s - m_g}. \quad (3.3)$$

Eine analoge Vorgehensweise für die Ermittlung des Partikelgehalts im Öl ist nicht möglich. Der Siedepunkt des verwendeten Öls liegt bei einigen hundert Grad Celsius und es könnten partikuläre Oxidationsprodukte entstehen, die die Messung verfälschen. Die Partikel im Öl muss man daher mittels Vakuumlaborfiltration auf einer möglichst feinen Membran (z. B. Whatman Millipore $0,2 \mu\text{m}$) abscheiden. Dies gelingt nur durch Verdünnung des Öls mit einem Lösungsmittel (z. B. Benzin, n-Heptan, Isopropanol), da sonst der Druckverlust zu hoch ist. Die Partikelmasse ergibt sich aus der Differenz zwischen unbeladener m_m und beladener Membranmasse $m_{t,m}$. Sie ist anschließend wieder auf die Suspensionsmasse beziehbar und ergibt die Partikelkonzentration

$$c = \frac{m_{t,m} - m_m}{m_s - m_g}. \quad (3.4)$$

Die auf dem Filtermaterial (HGMS Matrix, konventionelles Filtervlies) abgeschiedene Partikelmasse ist gravimetrisch ermittelbar. Um sie messen zu können, findet im Anschluss an das Trennexperiment die Entleerung des Filters bei eingeschaltetem Magnetfeld durch Umkehrung der Strömungsrichtung statt. Jede Matrixstufe ist einzeln entnehmbar, um die abgetrennte Partikelmasse bestimmen zu können. Anschließend erfolgt die Ablösung der Partikel mit Lösungsmittel (Isopropanol bzw. n-Heptan) im Ultraschallbad. Die Partikel aus der so entstandenen Suspension sind mittels Vakuumlaborfilter mit zuvor gewogener Membran abtrennbar. Wie oben beschrieben, bildet man auch hier die Differenz der beladenen und der unbeladenen Membranmasse, um die abgeschiedene Partikelmasse zu berechnen. Zur Bestimmung des Trenngrads muss zusätzlich eine Partikelgrößenverteilung des Unfiltrats und des Filtrats gemessen werden. Die massen- bzw. volumenbezogene Dichteverteilung q_3 und der Partikelmengenanteil im Filtrat f ergeben den Trenngrad

$$T(x) = 1 - \frac{q_{3,\text{Filtrat}}(x) \cdot f}{q_{3,\text{Unfiltrat}}(x)}. \quad (3.5)$$

3.1.2 Trübungsmessung

Die Trübungsmessung ist im Gegensatz zur Gravimetrie eine Methode, die zur kontinuierlichen Online-Prozesskontrolle verwendbar ist. In der Arbeit kommen das Streulicht- und das Durchlichtverfahren zum Einsatz. Bei beiden Messverfahren strahlt das Licht in die Probe ein und man misst die Absorption bzw. die Streuung des Lichts. Die Absorptions- bzw. Streuintensität ist ein Maß für die Konzentration der Partikel.

Das tragbare Turbidimeter Model 2100P von Hach detektiert die Lichtstreuung im 90° Winkel zur Lichtquelle. Es eignet sich für die Detektion von geringsten Konzentrationen

3.1 Methoden zur Charakterisierung der Abscheideleistung und der Partikeleigenschaften

(z. B. Leitungswasser) bis ca. 100 mg/l (abhängig von Partikelart und -größe). Zur Prozesskontrolle werden Proben gezogen und in den Messgläschen des Geräts vermessen. Das Gerät misst zwischen 0 und 800 NTU (nephelometrische Trübungseinheiten). In diesem Bereich ist die Streuintensität direkt proportional zur Konzentration, allerdings ist die Steigung abhängig von der Größe und den Absorptionseigenschaften der Partikel. Deshalb muss die Trübung in Abhängigkeit von der Suspensionskonzentration kalibriert werden. Foster u. a. und Lewis [21, 44] haben gezeigt, dass die Kalibrierkurve für kleinere Partikel steiler verläuft als für größere. Bekanntlich werden aber größere Partikel leichter abgetrennt als kleinere. Geht man also davon aus, dass sich die Teilchengrößenverteilung im magnetischen Trennprozess nicht ändert, was einem konstanten Trenngrad entspricht, überschätzt man den Partikelverlust.

Der AF56-N Absorptionssensor der Fa. Optek arbeitet nach dem Durchlichtverfahren. Es ist in die Prozessrohrleitung integrierbar und eignet sich zur Detektion von hohen Konzentrationen ab 10 mg/l bis mindestens 3 g/l. Um Aussagen über die Partikelkonzentration treffen zu können, ist eine Kalibrierung mit dem verwendeten Stoffsystem notwendig. Die Lichtadsorption ist abhängig von der Partikelform und -größe sowie dem Absorptionskoeffizienten des Fluids und der Partikel. Allerdings ist bei einigen der verwendeten Suspensionen beobachtbar, dass sich am Saphirglas der Sensoreinheit Partikel ablagern. Dadurch wird das Messergebnis negativ beeinträchtigt.

Die Trübungsmessung eignet sich zur Bestimmung der Konzentration von Suspensionen, die genügend trübende Bestandteile beinhalten. Schmier- und Getriebeöle sowie Filtratproben wässriger Systeme weisen im Allgemeinen eine Konzentration von unter 10 mg/l auf, welche nicht ausreichend genau mittels Trübungsmessung - insbesondere mit dem Durchlichtverfahren - bestimmbar ist. Zudem ist die Größenverteilung der vorliegenden Partikel von Interesse, da sie in die Lebensdauerberechnung von Getrieben und Lagern einfließt.

Während die Trübungsmessung einen integralen Wert der Absorption bzw. Streuung ausgibt, ist ein Einzelpartikelzähler in der Lage, Aussagen über Größe und Anzahl der in der Suspension befindlichen Teilchen zu treffen. Für die Konzentrationsbestimmung von Schmier- und Getriebeölen ist daher der Einsatz eines Einzelpartikelzählers notwendig.

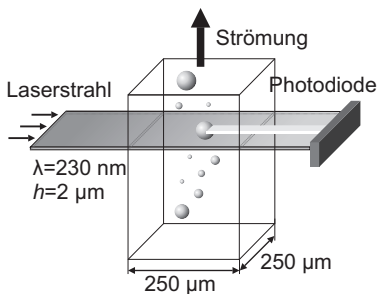
3.1.3 Einzelpartikelzählung

Das Partikelzählgerät setzt sich aus einer Lichtquelle, der Messzelle und der Detektoreinheit zusammen. Der schematische Aufbau ist in Abb. 3.1a dargestellt. Die Abmessungen der Messzelle betragen $2\ \mu\text{m} \times 250\ \mu\text{m} \times 230\ \mu\text{m}$ (Höhe x Breite x Tiefe). Als Lichtquelle dient eine Halbleiterlaserdiode mit einer Wellenlänge von 230 nm. Sie ist sehr kompakt, unempfindlich gegen Vibrationen und ihr Strahlprofil ist homogen ausgeprägt.

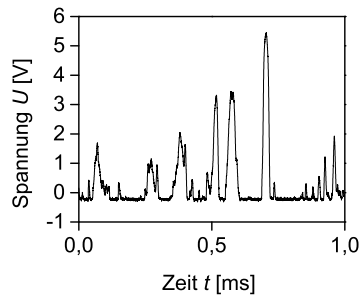
Das Partikelzählsystem der Fa. Klotz GmbH besteht aus dem Sensor PCC-1.0, LDS-45/50, einem Analog-Digital-Wandler, dem Probenzuführsystem (hier: Doppelkolbenpumpe zur gleichmäßigen Volumenstromerzeugung) und einer Analysesoftware. Das verwendete Partikelzählgerät wurde ab Werk mit ISO MTD-Teststaub nach ISO 11171 und mit monodi-

spersen Latexpartikeln kalibriert. Laut Hersteller ist der Sensor in der Lage, die Partikel im Größenbereich von $1,5\ \mu\text{m}$ – $100\ \mu\text{m}$ (abhängig von der hinterlegten Kalibrierung) zu zählen. Der Arbeitsbereich des Geräts von maximal 25000 Partikeln/ml darf nicht überschritten werden, da sonst die Gefahr besteht, dass sich mehrere Partikel gleichzeitig in dem Messvolumen befinden (Koinzidenz) und das Ergebnis verfälschen. Der Koinzidenzfehler ist nach ISO 11171 in Abhängigkeit von der Partikelkonzentration bestimmbar. Der Koinzidenzfehler darf nicht mehr als 5% betragen.

Die Prinzipskizzen der Messzelle und des Messsignals sind in der Abb. 3.1 veranschaulicht. Beim Durchtritt des Partikels absorbiert es das Laserlicht abhängig von seiner Größe und Form. Zusätzlich spielen die optischen Eigenschaften des Partikels und des Fluids eine Rolle. Die Detektorelektronik wandelt die Lichtabschwächung in ein Spannungssignal um und ein digitales Oszilloskop registriert den Verlauf. Ein typischer Spannungsverlauf ist in Abb. 3.1b gezeigt. Je größer ein Partikel, umso größer ist die registrierte Spannung.



(a) Prinzip der Sensormesszelle mit Laserstrahlausdehnung.



(b) Exemplarischer Spannungsverlauf an der Photodiode.

Abb. 3.1 Prinzip des Partikelzählgeräts. Unterschiedlich große Partikel, die die Messzelle durchströmen, verursachen eine für die Partikelgröße charakteristische Spannungszunahme durch die Abschwächung der Laserstrahlintensität an der Photodiode.

Kalibrierung des Sensors nach ISO 11171

Zur Kalibrierung des Sensors verwendet man eine 2,8 mg/l Suspension bestehend aus dem ISO Medium Test Dust (MTD), siehe ISO 12103-1, A3, und ultrareinem Öl (AeroShell Fluid 41). Die Aufnahme des Spannungssignals als Funktion der Zeit kann beispielsweise mit einem digitalen Oszilloskop erfolgen.

Die Auswertung des Messsignals erfolgt durch die Bestimmung der Peakanzahl. Dies bedeutet, dass die Kurvenmaximaanzahl in Abhängigkeit von zehn Spannungswerten gezählt werden. Die Anzahlkonzentration als Funktion von der Partikelgröße erhält man aus einer Sekundärkalibriersuspension mit zertifiziertem Inhalt (verschiedene Hersteller). Alternativ,

abweichend von ISO 11171, ist es möglich, die Partikelgrößenverteilung im verwendeten Öl durch Laserlichtbeugung (HELOS Cuvette) zu messen. Anschließend erfolgt die Umrechnung unter der Annahme kugelförmiger Partikel in eine anzahlgewichtete kumulative Verteilung.

Die Norm schreibt Prozeduren zur Bestimmung der Rauschgrenze und zur Vermeidung von Koinzidenzen vor. Die Angabe der Partikelanzahlkonzentration erfolgt nach ISO 4406 für Partikel $> 4 \mu\text{m}$, $> 6 \mu\text{m}$ und $> 14 \mu\text{m}$ in Form von Reinheitsklassen, siehe Tabelle A.2 im Anhang.

3.1.4 Elementaranalyse

Die energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) ist eine Methode zur Elementaranalyse. Zusammen mit einem bildgebenden Verfahren, der Raster- bzw. Transmissionselektronenmikroskopie (REM oder TEM), erhält man eine orts aufgelöste Übersicht über die chemische Zusammensetzung der Probe. In dieser Arbeit fanden Messungen mittels REM-EDX (NORAN System SIX) im Labor für Elektronenmikroskopie (LEM, KIT) statt.

Die Atomemissionsspektroskopie, Inductively-Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES) beruht auf der thermischen Anregung von Atomen und Molekülen. Sie emittieren Licht mit charakteristischer Wellenlänge beim Übergang vom angeregten Zustand zum Grundzustand. Die Messmethode ermöglicht die Analyse der chemischen Zusammensetzung flüssiger, gasförmiger und partikulärer Substanzen, deren Partikelgröße kleiner $5 \mu\text{m}$ ist. Ein Ultraschall-Säureaufschluss durch Königswasser (Gemisch aus konzentrierter Salzsäure und Salpetersäure im Verhältnis 3:1) lässt auch die Untersuchung von größeren Partikeln zu. Die Methode identifiziert die Konzentration eines Elements durch den Vergleich mit einer Referenzsubstanz. Die Berechnung des Massenanteils eines Elements w ist bei Kenntnis der Konzentration der Probe möglich. Die Messungen finden am Engler-Bunte-Institut Lehrstuhl für Wasserchemie und dem Institut für Angewandte Materialien - Angewandte Werkstoffphysik (IAM-AWP) statt.

Die chemische Analyse gibt Auskunft über die elementare Zusammensetzung der untersuchten Substanz. Sie eignet sich auch, um den Anteil der magnetisierbaren Elemente Eisen, Nickel und Kobalt sowie Seltene Erden zu bestimmen. Allerdings sind beispielsweise die Elemente Wasserstoff, Sauerstoff, Fluor und alle Halogene nicht analysierbar. Man erhält auch keine Aussage darüber, welche Kristallstruktur vorliegt und welche magnetischen Eigenschaften die Probe besitzt.

3.2 Charakterisierung des Rückspülprozesses

Die Charakterisierung des Rückspülprozesses bedient sich eines Konzepts, das ausgehend von Arbeiten zur Kuchenfilterwaschung nach [70] angepasst wurde. In dieser Arbeit trägt man den relativen Rückstand r^* an Magnetpartikeln in der HGMS-Zelle in Abhängigkeit vom Waschverhältnis W auf. Das Waschdiagramm ermöglicht die dimensionslose Charakterisierung des Prozesses und dient so der Vorhersage des Verhaltens in einem großtechnischen

Maßstab.

Das Waschverhältnis ist

$$W = \sum_{i=1}^j \frac{V_{ws,i}}{V_{cell}} \quad (3.6)$$

mit dem verunreinigten Flüssigkeitsvolumen (Suspension aus Waschflüssigkeit und herausgewaschenen Bestandteilen) $V_{ws,i}$

$$V_{ws,i} = \frac{m_{susp,ws,i}}{\rho_{wl}} \cdot (1 - c_{ws,i}), \quad (3.7)$$

das die Zelle nach jedem Waschschrift i verlässt, und dem Zellenvolumen $V_{cell} = 1,261$. Die Dichte der sauberen Waschflüssigkeit ρ_{wl} wird mit 1 g/cm^3 (Wasser) angenommen. Die Masse der ausgespülten Suspension $m_{susp,ws,i}$ und ihre Massenkonzentration $c_{ws,i}$ wird für jeden Waschschrift bestimmt, $i = 1, 2, \dots, j$; dies geschieht durch die in Abschnitt 3.1.1 beschriebene gravimetrische Analyse.

Außerdem beträgt der relative Rückstand r^*

$$r^* = 1 - \frac{\sum_{i=1}^j m_{ws,i}}{m_{sep}}. \quad (3.8)$$

Die aus der Zelle herausgespülte Partikelmasse $m_{ws,i}$ ist definiert als das Produkt der Partikelmassenkonzentration $c_{ws,i}$ und der Suspensionsmasse $m_{susp,ws,i}$

$$m_{ws,i} = c_{ws,i} \cdot m_{susp,ws,i}. \quad (3.9)$$

Da man die in der Zelle abgetrennte Partikelmasse m_{sep} nicht vor dem Waschvorgang bestimmen kann, muss sie berechnet werden. Die dazu erforderlichen Daten werden während des Trennvorgangs nach folgender Formel ermittelt:

$$m_{sep} = c_0 \cdot m_0 - c_f \cdot m_f - c_d \cdot m_d. \quad (3.10)$$

Darin enthalten sind die Unfiltratmassenkonzentration c_0 , die Unfiltratsuspensionsmasse m_0 , die Filtratmassenkonzentration c_f , die Filtratsuspensionsmasse m_f , die Ablaufmassenkonzentration c_d und die Ablaufsuspensionsmasse m_d . Die Ablaufsuspension ist die Restflüssigkeit, die nach der magnetischen Trennung in der Filterzelle verbleibt. Man entfernt sie vor dem Waschvorgang bei eingeschaltetem Magnetfeld.

Theoretische Modelle Das Pfropfenstrom- und das Rührkesselmodell aus der chemischen Verfahrenstechnik [43] eignen sich, um die experimentellen Ergebnisse einordnen zu können. Die Theorie der idealen Pfropfenströmung geht von idealer Verdrängung der Verunreinigung aus. Sie vernachlässigt die Rückvermischung und Diffusion. Der Rückgang des relativen Rückstands ist definiert als [69]

$$r^*(W) = \frac{c}{c_0} = 1 - W. \quad (3.11)$$

Das Rührkesselmodell nimmt an, dass innerhalb eines festgelegten Zellenvolumens ideale Durchmischung stattfindet. Dies bedeutet, dass innerhalb der Zelle eine homogene Verteilung/ Verdünnung des Rückstands vorliegt. Mit wachsender Anzahl der Zellen N ähnelt die Strömung zunehmend dem Pfropfenströmungsmodell. Die relative Restkonzentration beträgt allgemein

$$r^*(W) = \frac{1}{N} \cdot \sum_{j=1}^N \sum_{i=0}^{j-1} \frac{(N \cdot W)^i}{i!} \cdot \exp(-N \cdot W). \quad (3.12)$$

Eine typische Waschkurve lässt sich in drei Bereiche unterteilen. Der erste Teil ($W \leq 1$) kommt oft der idealen Verdrängungskurve nahe. Im zweiten Bereich ($1 < W \leq 3$) herrscht eine mechanische Verteilung (z. B. aufgrund von Scherkräften, Turbulenzen); man kann sie am besten durch das Rührkesselmodell mit dem Anpassungsparameter N beschreiben. Im dritten Bereich ($W > 3$) flacht die Kurve weiter ab, da nun der Stoffübergang ausschließlich durch Diffusion stattfindet. Dieser Bereich ist durch keines der beiden Modelle beschreibbar.

3.3 Proteinaufreinigung

Sojamilch ist ein Nebenprodukt bei der Sojaverarbeitung, das einen wichtigen Proteasehemmer, den sogenannten Bowman-Birk-Inhibitor (BBI), enthält. Der BBI ist ein bekanntes Mittel gegen Krebs und Multiple Sklerose [22]. Es handelt sich dabei um ein monomeres Protein mit 71 Aminosäuren in einer einzigen Polypeptidkette mit sieben inneren Disulfidbindungen und einem isoelektrischen Punkt beim pH-Wert 4,2 [79]. Bei der SDS-PAGE (engl. für sodium-dodecyl-sulfate polyacrylamide gel electrophoresis) Analyse zeigt sich BBI bei 12 kDa. Das Protein ist sehr beständig, z. B. gegen hohe Temperaturen und extreme pH-Werte. Das konventionelle Aufreinigungsverfahren ist aufwendig, weil zahlreiche Schritte erforderlich sind [7], sodass es in großtechnischem Maßstab bisher nicht zum Einsatz kam. Die Verwendung magnetischer Trägerpartikel mit selektiver Oberflächenfunktionalisierung vereinfacht die Adsorption des Zielproteins aus Sojamilch. Nach magnetischer Trennung und Auswaschung wird das Produkt durch Elution abgetrennt; die Magnetpartikel sind dann rezyklierbar.

3.3.1 Magnetische Trägerpartikel

In Laborversuchen hat sich gezeigt, dass sich mit BBI-Antikörpern funktionalisierte MagPrep®-Partikel (Merck Millipore KGaA, Darmstadt) am besten zur Aufreinigung von BBI eignen. Allerdings ist die Funktionalisierung teuer und der Einsatz solcher Partikel bisher nicht wirtschaftlich. Deshalb verwendet man ersatzweise magnetische Partikel, die Anionenaustauschgruppen tragen: MagPrep® TMAP (mit Trimethylammoniumpropyl funktionalisierte magnetische Silicapartikel) und OricaWatercare MIEX® DOC-Granulat („magnetischer Ionenaustausch mit einer Anionenaustauschgruppe bindet gelösten organischen Kohlenstoff“). Die Laborergebnisse mit diesen Partikeln sind so vielversprechend,

dass sie weitere Versuche im größeren Maßstab rechtfertigen. Allerdings liegen für die Pilotversuche zur BBI-Reinigung nur Orica-Partikel in ausreichender Menge vor. Da die Orica-Partikel groß sind und sich leicht abtrennen lassen, stellt die Abtrennung der kleineren, nicht-funktionalisierten MagPrep[®] Silicabeads eine schwierigere Aufgabe dar. Die nicht-funktionalisierten MagPrep[®]-Silicapartikel eignen sich daher für die Versuche zur Beurteilung des Betriebsverhaltens.

3.3.2 Bestimmung des Gesamtproteingehalts

Der Gesamtproteingehalt in jedem Prozessstrom wird mittels BCA-Analyse (Bicinchoninsäure (2,2'-dichinoly-4,4'-dicarbonsäure) mit dem Standardprotein Rinderserumalbumin (bovine serum albumin: BSA) (0-2 mg/ml) bestimmt. Gelöste Cu(II)-Ionen reagieren mit den Proteinen zu Cu(I)-Ionen, die wiederum mit BCA einen purpurfarbenen Komplex bilden, wobei BCA ein sehr spezifisches chromogenes Reagens für Cu(I) ist (Biuret-Reaktion) [73]. Sein Extinktionsmaximum liegt bei 562 nm [62]. Der verwendete BCA-Kit zur Proteinbestimmung (BCA1) stammt von Sigma-Aldrich Co. LLC.

3.3.3 Bestimmung des Zuckergehalts

Die photometrisch durchgeführte Enzymanalyse eignet sich zur Bestimmung der Zuckermenge in Nahrungsmitteln mit hoher Spezifität. Wenn die Probe ausreichend verdünnt ist, gilt das Lambert-Beer'sche Gesetz. Der Zucker von Sojabohnen besteht im Wesentlichen aus Saccharose und Stachyose [33]. Da Stachyose für Mensch und Tier unverdaulich ist, hat die Nahrungs- und Futtermittelindustrie Sojabohnen mit hohem Saccharose- und niedrigem Stachyosegehalt entwickelt. Daher kann die Stachyose-Analyse unterbleiben und der Saccharose/D-Fructose/D-Glucose-Kit (K-SUFRG) von Megazyme, Irland, reicht aus. Im Einzelnen ist die Vorgehensweise aus der Dokumentation des Herstellers zu entnehmen [54].

3.3.4 Analyse der Proteinzusammensetzung und Reinheit

Die Verfolgung des Aufreinigungsprozesses erfolgt mittels SDS-PAGE (Natriumdodecylsulfat-Polyacrylamid-Gelelektrophorese) und man kann die Reinheit P des Zielproteins bestimmen. Zur Proteinanalyse setzt man eine Elektrophoresezelle, ein vorgegossenes Gradientengel (4 – 20 %), das modifizierte Lämmli-Probenpuffer (Roti-Load 1), den vorgefärbten 10 – 150 kDa-Marker und Analysechemikalien von Roth GmbH, Karlsruhe, ein. Der Versuchsablauf ist aus der Dokumentation des Herstellers zu entnehmen. Der BBI-Standard (Chymotrypsin-Trypsin-Inhibitor (T9777)) steht von Sigma-Aldrich Co. LLC zur Verfügung.

Auswertung des Gels Zunächst erfasst man das Bild des Gels mit einem normalen Büros scanner. Zur Bildauswertung findet die Umwandlung des Bilds in Graustufen statt,

bevor die Auswahl von gleich breiten Streifen mit dem Konturprofil-Tool in OriginPro erfolgt. Man erhält daraus das sogenannte Densitogramm. Abbildung 3.2 zeigt beispielhaft die Auswahl von drei Streifen und die zugehörigen Densitogramme. Nach Abzug der Hintergrundintensität sind die Densitogrammkurven auswertbar.

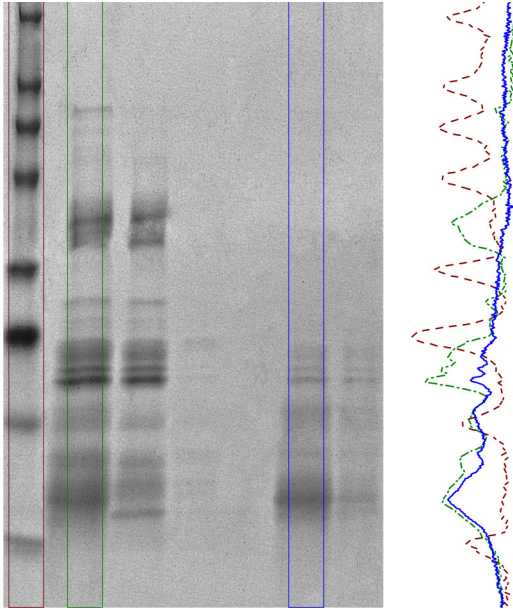


Abb. 3.2 Auswertung des SDS-PAGE durch Umwandlung in ein Graustufenbild, Auswahl von gleich breiten Streifen. Die rechte Graphik zeigt beispielhaft das Densitogramm. Der linke Streifen (Rot) ist im Densitogramm als gestrichelte Kurve dargestellt. Der mittlere markierte Streifen in grün entspricht im Densitogramm dem Verlauf mit Strich-Punkt Kennzeichnung. Der rechte Streifen ist in blau umrandet und erscheint im Densitogramm als Linie.

Die Reinheit des Zielproteins entspricht dem Verhältnis der Intensität der Zielbande (hier: BBI bei 12 kDa) bezogen auf die Intensität aller Banden [8]. Die Intensität ist aus der Integralfläche (A) der entsprechenden Peaks im Densitogramm ermittelbar. Damit ist die Reinheit

$$P = \frac{A_{\text{BBI}}}{A_{\text{t}}} \quad (3.13)$$

mit der BBI-Peakfläche A_{BBI} und dem Gesamtintegral des Densitogramms A_{t} .

Der Reinigungsfaktor PF gibt das Verhältnis von Reinheit der Probe bezogen auf die Reinheit der Sojamilke (Einsatzmedium) an. Ist der PF größer eins, bedeutet dies, dass die Aufreinigung stattgefunden hat.

Der Konzentrationsfaktor CF beschreibt das Verhältnis der BBI-Konzentration der jeweiligen Probe $c_{\text{BBI},i}$ (i : ungebunden, Waschflüssigkeit oder Eluat) in Bezug auf die BBI-Konzentration der ursprünglichen Sojamilke $c_{\text{BBI},\text{sw}}$

$$CF = \frac{c_{\text{BBI},i}}{c_{\text{BBI},\text{sw}}} \quad (3.14)$$

Zur Bewertung der BBI-Konzentration in der Sojamilch, den ungebundenen und den Eluatproben erfolgt eine Kalibrierung mit einer BBI-Standardkonzentrationsreihe. Man nimmt dabei an, dass der Standard eine Reinheit von 100 % besitzt. Trägt man die BBI-Bandenflächen als Funktion der zugehörigen Konzentration der Standardlösung auf, so ist ein exponentieller Anstieg beobachtbar. Mit Hilfe der Kalibrierfunktion ist der Gehalt an unbekanntem Protein (Sojamilch, ungebunden, Eluat) innerhalb desselben SDS-PAGE Gels berechenbar. Die Übertragung auf ein anderes Gel ist nicht möglich, da schon kleine Änderungen der Gelbehandlung (Färbung, Entfärbung) große Intensitätsunterschiede verursachen.

Teil I

Untersuchungen zur Abtrennung von Verunreinigungen aus Windenergieanlagengetriebeöl

4 Charakterisierung der verwendeten Versuchssubstanzen

Das vorliegende Kapitel beschreibt die Eigenschaften der verwendeten Materialien. Im Einzelnen beinhaltet es die Charakterisierung von Partikelabrieb aus der Praxis hinsichtlich Morphologie, Magnetisierung und chemischer Elementarzusammensetzung. Aufgrund der stark schwankenden Zusammensetzung der Praxispartikel ist die Definition und Charakterisierung von Modellpartikeln und einem Modellöl notwendig.

4.1 Partikelabrieb aus Windenergieanlagengetrieben (WEA)

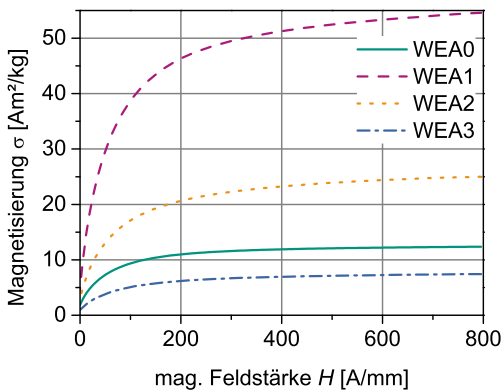
Die Untersuchungen aus dem Forschungsvorhaben FVA 493 „Partikelgehalt“ zeigen, dass der Partikelgehalt und die Partikelzusammensetzung in Ölen aus Anlagen gleicher Leistungsklasse und selbst in verschiedenen Frischölen stark schwankt. Auch der Anteil magnetischer und nicht magnetischer Partikel hängt sehr stark von der Betriebsweise, der Einsatzdauer des Öls und von möglichen Schädigungen im Getriebe ab. Des Weiteren liefert die Firma OELCHECK Warn- und Grenzwerte für Verschleiß und Verunreinigungen in Windkraftanlagen- bzw. Planetengetriebeölen. In Tabelle A.1 im Anhang sind die Daten dargestellt. Der Eisengehalt beträgt im Normalzustand 39 mg/kg und kann im Grenzfall bis 120 mg/kg ansteigen. Jedoch liegt das Eisen meist in verschiedenen Formen vor, z. B. als reine Eisen- oder Stahlpartikel, Eisenoxide, Karbide, Sulfate und gelöste Ionen [68]. Abrieb ist meist ferromagnetisch und daher durch Magnetseparation abtrennbar.

Zur Untersuchung des Partikelabriebs standen Gebrauchtfilter aus dem Schmierölkreislauf von Windenergieanlagengetrieben zur Verfügung. Eine Übersicht der Gebrauchtfilterproben ist in Tabelle 4.1 dargestellt. Die Herauslösung der in den Filterproben enthaltenen Partikel fand durch wiederholtes Waschen mit n-Heptan unter Ultraschalleinwirkung statt. Zur Abtrennung aller Partikel größer $0,5 \mu\text{m}$ zentrifugierte man anschließend die Suspension. Nach der Entsorgung des Überstands erfolgte die Waschung des Sediments mit weiterem n-Heptan, bis keine Ölspuren mehr sichtbar waren. Nach Abschluss der Waschung trocknete man das Sediment.

Tabelle 4.1 Gebrauchtfiterproben aus dem Schmierkreislauf von Windenergieanlagengetrieben

Bezeichnung	Ölsorte	WEA-Leistung	Sättigungs- magnetisierung [Am ² /kg]
WEA0	Addinol Eco Gear 320 S	1,5 MW	12,4
WEA1	Mobilgear SHC XMP 320	1.8/2.0 MW	54,6
WEA2	Castrol Optigear Synthetic- A 320	1,5 MW	24,9
WEA3	Mobilgear SHC XMP 320	0,6 MW	7,4

Die Magnetisierungskurven in Abb. 4.1 zeigen, dass die WEA1 Partikel die höchste Sättigungsmagnetisierung von 54,5 A m²/kg besitzt. Als nächstes folgt WEA2 mit 24,9 A m²/kg, WEA0 mit 12,3 A m²/kg und WEA3 mit 7,4 A m²/kg.

**Abb. 4.1** Magnetisierungskurven der WEA Partikel gemessen mittels Vibrating Sample Magnetometer (VSM).

4.1.1 Chemische Zusammensetzung der WEA Partikel

Ein wichtiger Aspekt zur Charakterisierung der Partikel ist deren chemische Elementarzusammensetzung. Die ICP-OES Untersuchung ist häufig fester Bestandteil von Gebrauchtfiteruntersuchungen. Man kann anhand dieser erkennen, ob Veränderung während der Betriebszeit (z. B. Korrosion, Additivoxidation) aufgetreten ist. Jedoch stehen meist die im Öl gelösten Elemente im Vordergrund. Zur Analyse von im Öl vorkommenden Partikeln größer 1 μm müssen diese, wie in Abschnitt 4.1.1 beschrieben, aufgelöst werden.

Abbildung 4.2 zeigt die Ergebnisse der ICP-OES Untersuchungen. So ergibt die Analyse

der WEA0 Partikel, dass sie hauptsächlich aus Mo und Ni bestehen. Der Gesamtanteil an ferromagnetischen Elementen Ni, Cr und Fe beträgt 27,6 Ma.%. Die anderen WEA Proben weisen einen höheren Eisenanteil auf; ihr Ni und Cr Gehalt ist jedoch niedriger als in der WEA0 Probe. Der Anteil an magnetisierbaren Elementen beträgt bei der WEA1 Probe 35,8 Ma.%, bei der WEA2 Probe 18,5 Ma.% und bei der WEA3 Probe lediglich 8,7 Ma.%.

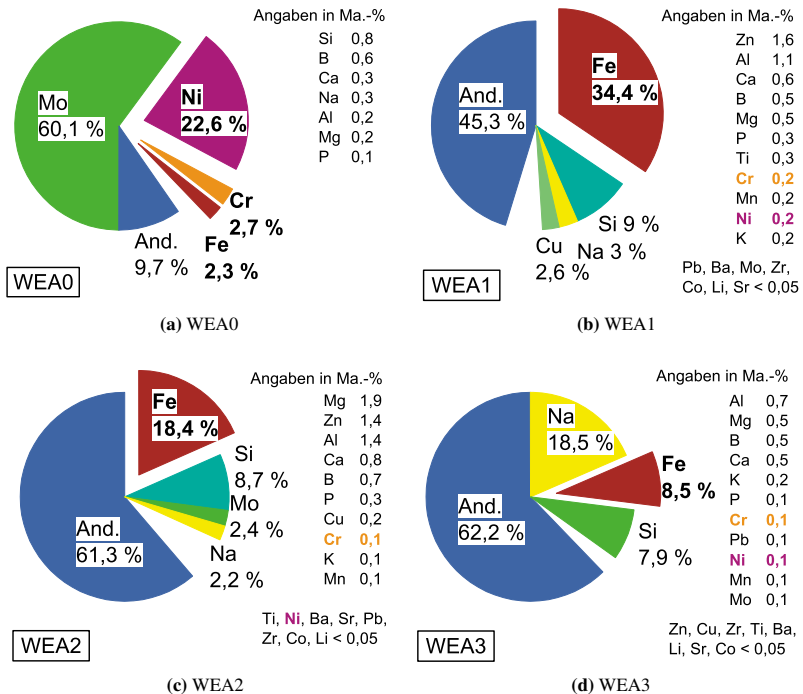


Abb. 4.2 Elementaranalyse von Partikeln aus Windenergieanlagenölfiltren.

Der Vergleich dieser Werte mit der Sättigungsmagnetisierung in Abb. 4.1 zeigt, dass die Probe mit dem größten Anteil an ferromagnetischen Elementen (WEA1) auch die maximale Sättigungsmagnetisierung erreicht. Dies gilt auch im umgekehrten Fall, vgl. dazu WEA3. Jedoch ist dieser Zusammenhang nicht allgemein gültig: Beim Vergleich der Werte der Proben WEA0 und WEA2 fällt auf, dass WEA0 einen größeren Anteil elementar magnetisches Material beinhaltet als WEA2, jedoch eine niedrige Magnetisierung als WEA2 besitzt. Dies zeigt erwartungsgemäß, dass die chemische Elementaranalyse allein keine ausreichend genaue Aussage über die magnetischen Eigenschaften treffen kann.

Bildgebendes Verfahren: REM-EDX Spektrum

Um sich ein genaueres Bild über den Zusammenhang von Morphologie und chemischer Zusammensetzung machen zu können, erfolgte die Analyse der WEA0 Partikel mit der REM-EDX Methode. Mittels REM-EDX ist es möglich, Proben im Mikrometermaßstab zu betrachten und gleichzeitig Aussagen über deren chemische Zusammensetzung zu treffen. Die Abb. 4.3 zeigt eine REM Aufnahme der WEA0 Partikel. Man kann längliche Fasern (1), unterschiedlich geformte, große Partikel mit einer relativ ebenen Oberfläche (2), Partikel mit einer unregelmäßigen Oberfläche (3), Partikel, die flach gepresst aussehen und kleinste Partikel (5) erkennen. All diese Partikel wurden punktuell mittels EDX untersucht, um eine qualitative Aussage über die chemische Zusammensetzung zu bekommen. Die Ergebnisse der EDX Messung zeigt Abb. A.1 im Anhang.

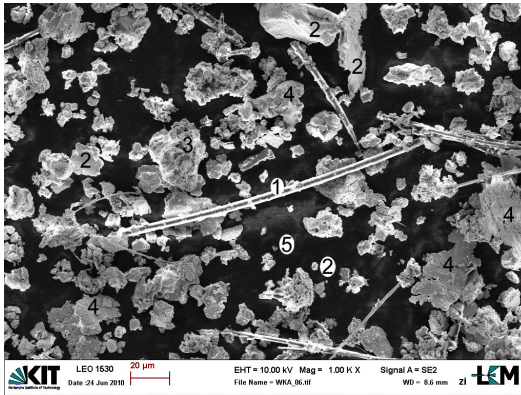


Abb. 4.3 REM Aufnahme der WEA0 Partikel mit Beschriftung der Stellen, an denen eine EDX Scan durchgeführt wurde.

Die Faser (1) besteht hauptsächlich aus C, O und Si; geringfügig sind Ni, Na, Mg, Al, Mo und Ca vorhanden. Es handelt sich hierbei vermutlich um einen Stoff, der aufgrund der Auswaschung des Filtermaterials vorhanden ist.

Alle Partikel mit der Bezeichnung 2 zeigen deutlich, dass ihr Hauptbestandteil Mo ist. Möglicherweise handelt es sich um das Feststoffschmiermittel MoS_2 , das häufig zur Montage von Getrieben im Einsatz ist [35, 58].

Der mit 3 gekennzeichnete Partikel besteht auch zum Großteil aus Mo, jedoch erkennt man, dass weitere Elemente, wie Si, Ni, Cr, vorhanden sind. Aufgrund der unebenen Oberfläche wäre denkbar, dass es sich hierbei um einen Partikel handelt, der aus Werkstoffverschleiß und Schmiermittel oder Staub (Quarz aus SiO_2) durch Aggregation entstanden ist.

Bei den Partikeln mit der Kennzeichnung 4 handelt es sich eindeutig um ein Material mit hohem Cr und Ni Gehalt. Die flache Form der Partikel mit der schuppenmäßigen Oberfläche weist darauf hin, dass es sich hier um Partikel handelt, die durch einen Spalt gepresst worden sind.

Das Spektrum des Partikels mit der Bezeichnung 5 weist hauptsächlich Mo, S, C, O und Ni auf. In Spuren ist Na, Mg, Al, Si, Ir und Ca zu finden. Diese Elemente sind typische Additivbestandteile von Schmieröl [14, 56]. Möglicherweise sind sie aufgrund von Ölalterung unlöslich geworden und liegen daher partikulär vor.

Aufgrund der Unebenheit der Partikel und damit einhergehender Änderung des Arbeitsabstands ist nur eine qualitative Analyse durchführbar. Ein Linien- oder Flächenscan und eine quantitative Analyse sind ausschließlich von einer eingebetteten, polierten und dadurch flachen Probe möglich. Abbildung 4.4 zeigt drei Aufnahmen einer solchen Probe. Die Elemente Al, Mo, Si, O, Ni, Cr und Fe sind eingefärbt und zeigen damit die klare Abgrenzung der Partikelmaterialien. Es ist erkennbar, dass einzelne Partikel aus zwei verschiedenen Primärmaterialien zusammengefügt sind. Vermutlich ist dies aufgrund des Zusammentreffens im Schmierspalt geschehen. Andere Partikel liegen lose beieinander.

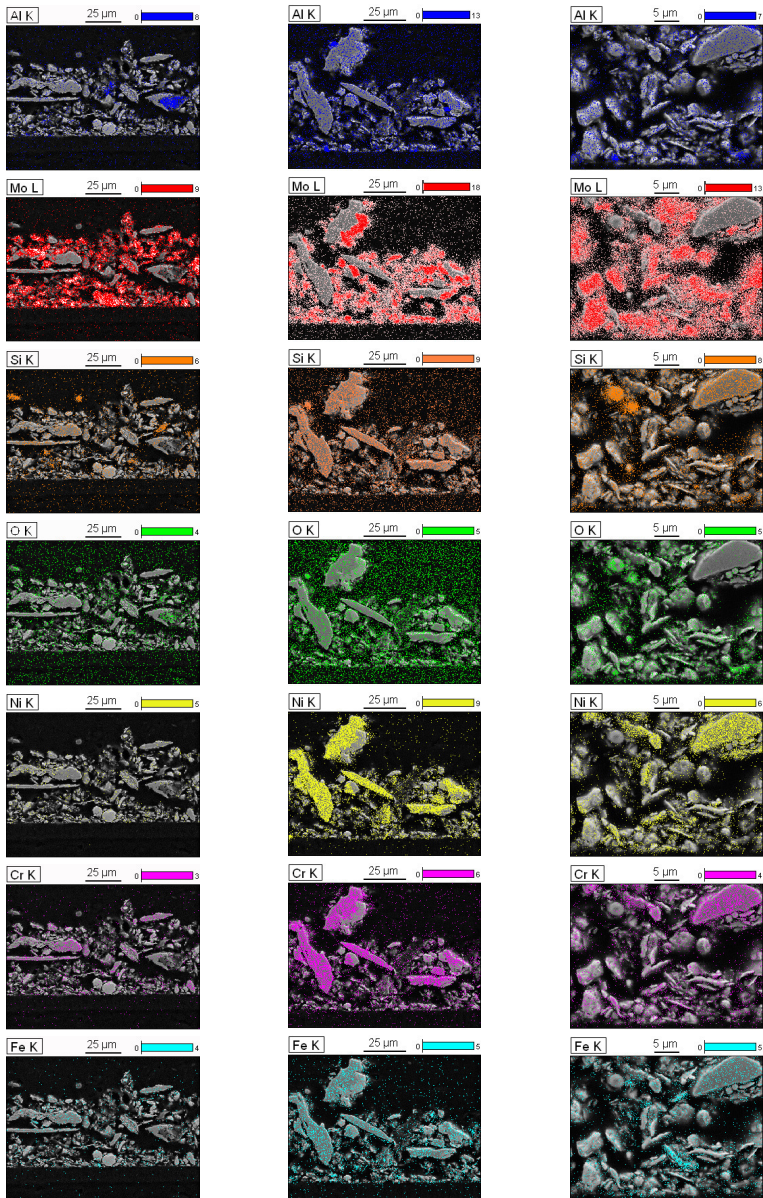


Abb. 4.4 REM-EDX Aufnahmen der eingebetteten WEA0 Partikel an drei verschiedenen Stellen (spaltenweise) eines polierten Schnitts.

4.2 Definition des Modellsystems

Aufgrund der in der Praxis stark variierenden Partikelzusammensetzungen ist die Definition eines Modellsystems notwendig. Es gilt daher, Substanzen zu wählen, die als Verunreinigungen im WEA-Getriebeöl vorliegen. Insbesondere die Abtrennung von Partikeln, die kleiner als $20\ \mu\text{m}$ sind, stellt eine große Herausforderung dar. Es sind daher Modellpartikel mit einer Größe kleiner $20\ \mu\text{m}$ ausgewählt.

4.2.1 Eigenschaften des Modellöls

Für die durchgeführten Versuche kam das FVA2 Öl (Weber Reference Oils) zum Einsatz. Bei der Versuchstemperatur von $20\ ^\circ\text{C}$ beträgt die Viskosität $72,7\ \text{mPas}$ und das Öl besitzt eine Dichte von $0,73\ \text{g/cm}^3$. Das Öl ist unadditiviert und seine Viskosität bei $20\ ^\circ\text{C}$ ist vergleichbar mit der gebräuchlichen Getriebeölviskosität bei $60\ ^\circ\text{C}$ Betriebstemperatur. Die magnetische Eigenschaft des Öls ist mit Hilfe der Suszeptibilitätswaage 'Auto' (MSB) von Johnson Matthey am IFG, KIT bestimmt worden. Das Öl ist diamagnetisch, es besitzt eine magnetische Suszeptibilität von $-0,64\ \text{E-6}$ (c.g.s. Einheit) bzw. $-8,04\ \text{E-6}$ (SI-Einheit).

4.2.2 Eigenschaften der Partikel

Für die Untersuchungen kamen zwei Modellpartikel aus Magnetit (Fe_3O_4) und ein unlegiertes Eisenpulver zum Einsatz. Bayoxide® E 8709 der Firma Lanxess AG besteht aus synthetisch hergestelltem Magnetit (Fe_3O_4). Magnetit M40 LST Partikel von Alroko GmbH & Co KG, Hamburg (als Alroko M40 LST bezeichnet) ist natürlich vorkommendes Magnetit mit einem Gesamteisengehalt von $71,2\ \%$. Der Anteil an reinem Magnetit Fe_3O_4 beträgt $98,6\ \%$, die Hauptverunreinigungen sind SiO_2 ($0,7\ \%$), Al_2O_3 ($0,2\ \%$), CaO und MgO (jeweils $0,1\ \%$) und MnO ($0,25\ \%$). Aufgrund der breiten Partikelgrößenverteilung von Alroko M40 LST war es für die Untersuchungen notwendig, eine Fraktionierung in einer Grob- und Feinfraktion durch eine Nasssiebung mit einem $20\ \mu\text{m}$ Sieb durchzuführen. Die Untersuchungen wurden nur mit der Feinfraktion $< 20\ \mu\text{m}$ durchgeführt. Das unlegierte Eisenpulver für Sinterbauteile Hydac 300 (Bezeichnung: Fe) besteht aus $99,9\ \%$ Fe mit Verunreinigungen aus O, C, S, P, Si und Mn.

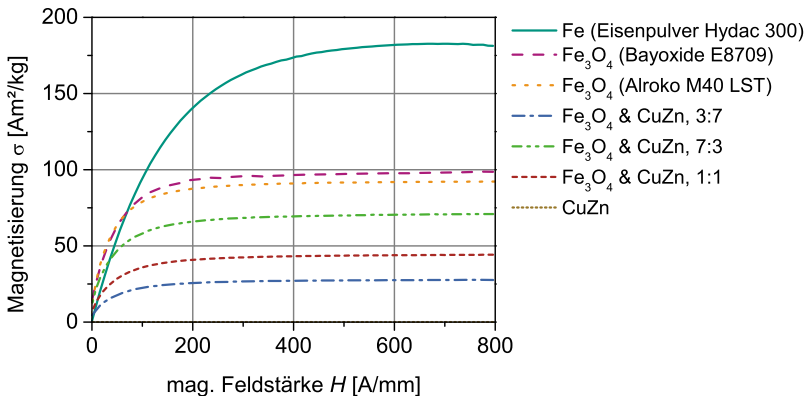
Die Auswahl der nichtmagnetisierbaren Partikel findet anhand der Elementaranalyse der WEA0-Partikel statt. Die ICP-OES Untersuchung ergab, dass eine hohe Konzentration an Molybdän (ca. $60\ \%$) vorliegt. Man nimmt daher an, dass dies durch das Montageschmiermittel Molybdändisulfid MoS_2 in das Getriebe und damit in das Öl gelangt ist. Quarzmehl (SiO_2) repräsentiert den Umgebungsstaub und Messing ist ein häufig anzutreffendes Buntmetall im Getriebe.

Die Eigenschaften der Partikel sind in Tabelle 4.2 zusammengefasst. Die Magnetisierungskurven von den magnetisierbaren und nichtmagnetisierbaren Modellpartikeln sind in Abb. 4.5 dargestellt.

Tabelle 4.2 Eigenschaften der Modellpartikel

Bezeichnung	Produktname, Hersteller	Dichte [g/cm ³]	Verhalten im Magnetfeld
Fe ₃ O ₄	Bayoxide E8709	5,09	$\sigma_s = 98 \text{ Am}^2/\text{kg}$
Fe ₃ O ₄	Magnetit M40 LST, Alroko GmbH	5,08	$\sigma_s = 92 \text{ Am}^2/\text{kg}$
Fe	Hydac 300 Eisenpulver	7,85	$\sigma_s = 181 \text{ Am}^2/\text{kg}$
SiO ₂	Sikron SF 300 Quarzmehl	2,65	paramagnetisch
CuZn	ECKA Messing V AS < 0,045 mm	8,46	diamagnetisch
MoS ₂	OKS 100	4,87	n. b.
ISO MTD	siehe ISO 12103-1, A3, 72 % SiO ₂	n. b.	paramagnetisch

n. b.: nicht bestimmt

**Abb. 4.5** Magnetisierungskurven der verwendeten Partikel.

Die Sättigungsmagnetisierung von Eisenpulver Hydac 300 beträgt $181 \text{ A m}^2/\text{kg}$, die von Magnetit (Fe_3O_4) Bayoxide E8709 und Alroko M40 LST ist $98 \text{ A m}^2/\text{kg}$ und $92 \text{ A m}^2/\text{kg}$. Messing (CuZn) ist paramagnetisch und besitzt eine Suszeptibilität von $-3,32 \text{ E-}5$ (SI-Einheit). Wie zu erwarten, ist die Sättigungsmagnetisierung der Mischung der magnetisierbaren und nichtmagnetisierbaren Komponente (Fe_3O_4 und CuZn) entsprechend dem Mischungsverhältnis reduziert. So beträgt die Sättigungsmagnetisierung bei einem Anteil von 30 % Fe_3O_4 (Alroko M40 LST) $28 \text{ A m}^2/\text{kg}$, bei 50 % schon $45 \text{ A m}^2/\text{kg}$ und bei 70 % $71 \text{ A m}^2/\text{kg}$.

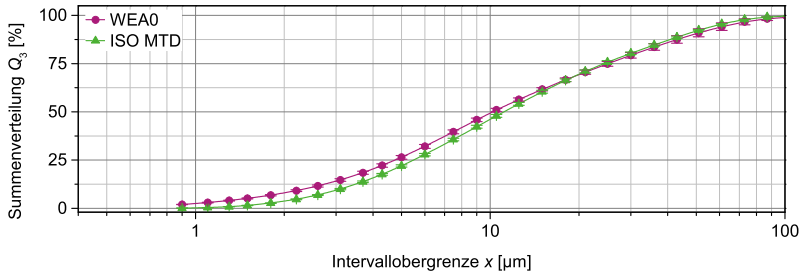
Partikelgrößenverteilung (PGV)

Die Messung der Partikelgrößenverteilung erfolgt mit der Laserlichtbeugungsmethode (HELOS/KR (Helium-Neon Laser Optical System) mit CUVETTE, Fa. Sympatec GmbH). Zur Messung lagen die Partikel suspendiert in Öl vor. Die Messungen fanden in FVA2 Öl statt, mit Ausnahme von ISO MTD, das in AeroShell Fluid 41 suspendiert vermessen wurde.

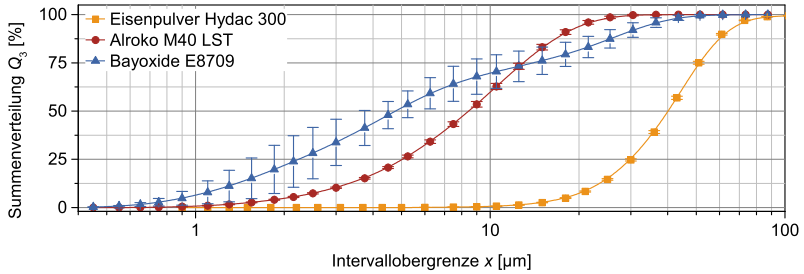
Abbildung 4.6 zeigt die Volumensummenverteilung der Praxispartikel WEA0 und ISO Medium Test Dust (MTD) sowie die der ausgewählten magnetisierbaren und nicht magnetisierbaren Partikel. In Abb. 4.6a fällt auf, dass WEA0 und ISO MTD nahezu identische PGV aufweisen. Beide besitzen einen mittleren Äquivalentdurchmesser von $10,4 \mu\text{m}$ bzw. $11 \mu\text{m}$ und ihre Verteilungsbreite reicht von $0,9 - 100 \mu\text{m}$.

Alroko M40 LST (Fraktion $< 20 \mu\text{m}$) besitzt einen mittleren Partikeldurchmesser von $8,5 \mu\text{m}$. Bayoxide E 8709 weist eine bimodale Verteilung mit mittlerem Äquivalentdurchmesser von $4,8 \mu\text{m}$ auf. Die einzelnen Messungen streuen sehr stark, was möglicherweise auf Agglomeration während der Messung zurückzuführen ist. Das Eisenpulver Hydac 300 ist mit einer mittleren Partikelgröße von $40,4 \mu\text{m}$ wesentlich gröber als die beiden Magnetitpartikelsorten. Die PGV der nicht magnetisierbaren Stoffe sind in Abb. 4.6c dargestellt. Die Quarzmehl Partikel (SiO_2) sind die kleinsten Partikel; sie besitzen einen $x_{50,3}$ -Wert von $8,26 \mu\text{m}$. Die Molybdändisulfit-Partikel (MoS_2) und Messing-Partikel (CuZn) weisen eine sehr ähnliche PGV auf; ihre mittlere Partikelgröße ist $28,4 \mu\text{m}$ und $30,1 \mu\text{m}$.

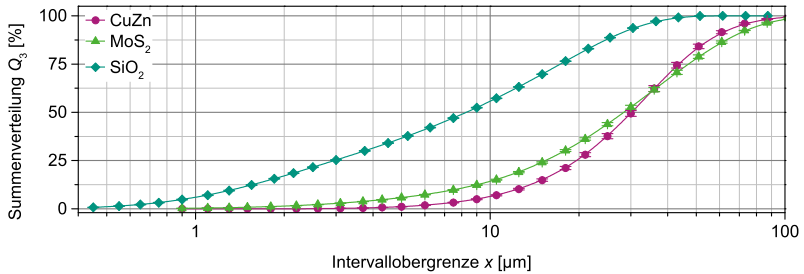
Stand der Technik im Bereich der Ölfiltration ist die Angabe der Reinheitsklassen nach ISO 4406 ($> 4 \mu\text{m} / > 6 \mu\text{m} / > 14 \mu\text{m}$), siehe Tabelle A.2 im Anhang. Die Umrechnung in die Anzahlkonzentration findet mit Hilfe der Dichte der Partikel und der Massenkonzentration der Ausgangssuspension $c_{M, \text{Feed}}$ statt. Man nimmt dabei kugelförmige Partikel an. Bei 100 mg/l betragen die Reinheitsklassen von Bayoxide E8709 (24/21/16) und Alroko M40 LST (23/22/18).



(a) WEA0 Partikel und ISO MTD Partikel



(b) Magnetisierbare Partikel



(c) Nicht magnetisierbare Partikel

Abb. 4.6 Volumengewichtete Summenverteilung Q_3 der verwendeten Partikel ermittelt mit dem Laserlichtstreuungsverfahren HELOS/KR Cuvette, gemessen in FVA2 ÖL mit Ausnahme von ISO MTD, das in AeroShell Fluid 41 suspendiert vermessen ist.

Beurteilung der Messunsicherheit und Eingrenzung des Messbereichs

Der Hersteller liefert den Partikelzähler mit der Kalibrierung nach ISO 11171 aus und gibt an, dass die Ausgabe der kumulativen Partikelkonzentration im Bereich von $4\ \mu\text{m}$ bis $100\ \mu\text{m}$ möglich ist.

Zur Überprüfung des Messbereichs erfolgten verschiedene Messungen mit den verwendeten Partikeln (siehe Kapitel 4.2). In Abb. 4.7 ist die distributive Anzahlkonzentration verschiedener Partikelsorten (Magnetit Fe_3O_4 , Quarz SiO_2 , Molybdändisulfid MoS_2 , Messing CuZn und Eisenpulver Fe) als Funktion der Intervallobergrenze x aufgetragen. Die Messunsicherheit (hier als Fehler bezeichnet) ist als Extraebene im Diagramm dargestellt.

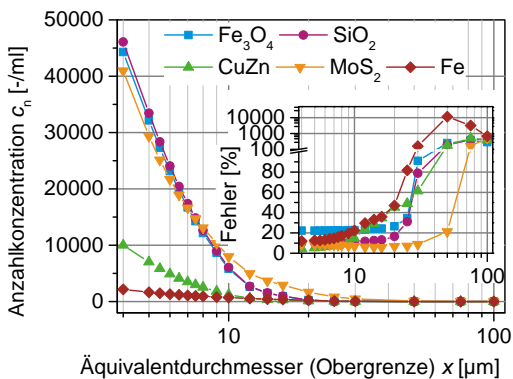


Abb. 4.7 Partikelkonzentration der einzelnen Komponenten Magnetit, Quarz, Molybdändisulfid, Messing und Eisenpulver. Die Messunsicherheit (hier als Fehler bezeichnet) zeigt, dass nur der Bereich bis $20\ \mu\text{m}$ ausgewertet werden kann.

Die Partikelkonzentration von Magnetit, Quarz und Molybdändisulfid beträgt maximal zwischen $40\ \text{E}3$ und $50\ \text{E}3$ Partikel/ml. Bei Messing liegen 10000 Partikel/ml vor und für das Eisenpulver misst man lediglich etwas über 2000 Partikel/ml. Wie erwartet, fällt die Partikelkonzentration mit größer werdendem Partikeldurchmesser ab.

Der Unterschied zwischen den Proben ist einfach mit Hilfe der Stoffdichte und der volumengewichteten PGV erklärbar. Beispielsweise gilt für Partikelsorten derselben Massenkonzentration, Form und Größe, dass je größer deren Stoffdichte, desto größer ist die Masse pro Partikel. Als Folge ergibt sich eine geringere Anzahlkonzentration. SiO_2 besitzt die niedrigste Dichte, gefolgt von MoS_2 , Fe_3O_4 , Fe und CuZn .

Bis $20\ \mu\text{m}$ beträgt die Messunsicherheit weniger als 50% , dann steigt sie stark an. Dies geht mit der Tatsache einher, dass die Anzahlkonzentration c_n für die Partikel $> 20\ \mu\text{m}$ nahe null ist und daher schon geringe Abweichungen zu einer großen Unsicherheit führen. Aus diesem Grund erfolgte die Auswertung aller Messungen nur bis $20\ \mu\text{m}$.

5 Versuchsapparaturen und -durchführung

Die Hoch-Gradienten Magnetseparation benötigt ein äußeres Magnetfeld und einen Apparat mit magnetisierbaren Drähten, an denen die Abscheidung stattfinden kann. Das vorliegende Kapitel ist eine Zusammenstellung der verwendeten Versuchsapparaturen, die zur Durchführung der Abtrennversuche zur Verfügung standen.

5.1 Magnete

Der erste Abschnitt zeigt den Aufbau und die Funktionsweise der beiden vorhandenen Magnete. Der Elektromagnet erzeugt ein longitudinales Magnetfeld, der C-förmige Permanentmagnet ein transversales Magnetfeld. Longitudinal bedeutet parallel zur Achse des Magnetinnenvolumens und transversal entsprechend orthogonal dazu. Nach Konvention verläuft das Magnetfeld entlang der z -Richtung.

5.1.1 Elektromagnet

In dieser Arbeit sind zwei Elektromagnete im Einsatz. Es handelt sich um Sonderanfertigungen der Fa. Steinert Elektromagnete GmbH, eine ungekühlte Version AME 60 13 16 So und eine wassergekühlte Version AME 60 13 16 So-K (vgl. Abb. 5.1).

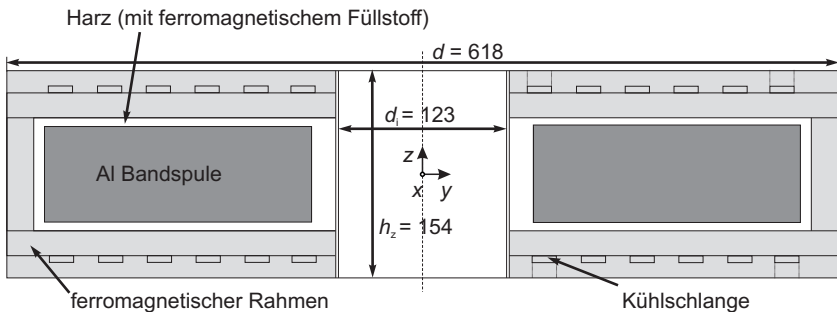


Abb. 5.1 Wassergekühlter Elektromagnet mit Aluminiumband und ferromagnetischem Gehäuse. Angaben in mm.

Die Magnete bestehen jeweils aus Aluminiumbandspulen, die in Kunstharz eingegossen und von einem Stahlmantel als Rückschlussrahmen umfasst sind. Der Magnet ist zylindrisch

und besitzt den Außendurchmesser 618 mm, den Innendurchmesser 123 mm und die Höhe 121 mm. Das Gewicht, zusammengesetzt aus Aluminiumbandspule und Gehäuse, beträgt 170 kg (ungekühlter Magnet) und 250 kg (wassergekühlter Magnet). Der Magnet ist an einen Schaltkasten angeschlossen, der die Aluminiumbandspulen mit dem Strom versorgt. Die Abmessungen des Schaltkastens sind 50 x 75 x 180 cm, sein Gewicht beläuft sich auf 320 kg. Im Kernvolumen der Spule entsteht das longitudinale Magnetfeld. Die Magnetflussdichte ist durch Variation des angelegten Stroms einstellbar. Den Zusammenhang zwischen Stromstärke I und der magnetischen Flussdichte B im Kaltzustand zeigt Abb. 5.2.

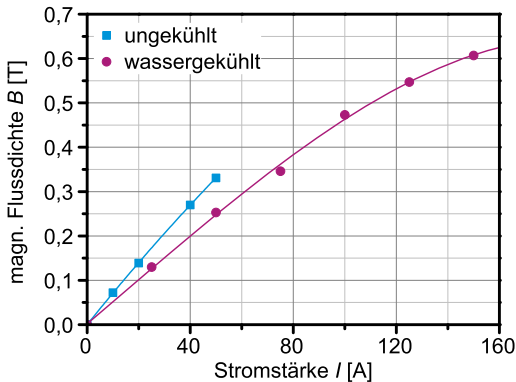


Abb. 5.2 Die magnetische Flussdichte im Zentrum des zylindrischen Hohlvolumen des ungekühlten und des wassergekühlten Elektromagneten ist durch die Stromstärke einstellbar. Der Unterschied zwischen beiden Magneten ist auf die Bauweise zurückzuführen.

Der kontinuierliche Betrieb eines Elektromagneten ist nur durch den Einsatz eines effizienten Kühlsystems (z. B. Wasser oder Luft) möglich. Ein Temperatursensor dient als Sicherheitseinrichtung, um die Überhitzung der Spule zu verhindern. Der maximale elektrische Energieverbrauch des wassergekühlten Magneten bei der Stromstärke 150,7 A beträgt 16,6 kW. Die erzeugte magnetische Flussdichte ist in diesem Fall 0,6 T. Die Einschaltdauer für diese hohe magnetische Flussdichte liegt trotz Wasserkühlung nur bei wenigen Minuten. Sie kann jedoch durch Verringerung der Stromstärke zu Lasten einer niedrigeren magnetischen Flussdichte erhöht werden. Bei einer Stromstärke von 50 A liegt die magnetische Flussdichte im Zentrum bei 0,25 T und man kann den Magneten über 2,5 h betreiben.

5.1.2 Permanentmagnet

Der C-förmige Permanentmagnet (Fa. Steinert Elektromagnete GmbH, Köln) erzeugt ein transversales Magnetfeld, das im Zentrum 0,25 T erreicht. Den Magnetfeldverlauf entlang der x -Achse im Vergleich mit dem Mandhala-Magneten zeigt Abb. 7.8. Der Magnet weist eine Polfläche von (205 x 117) mm und einen Polspalt von 73 mm auf. Zwei NdFeB-Magnete (Dichte 7,52 g/cm³) mit Abmessungen von (60 x 160 x 250) mm bilden die Pole; jeder wiegt 36 kg. Das Eisenjoch mit einer Dichte von 7,6 g/cm³ besteht aus drei massiven

Eisenblöcken, die in C-Form miteinander verschraubt sind. Die Abmessungen der Eisenplatten links und rechts betragen $2 \times (60 \times 200 \times 250)$ mm, während der mittlere Eisenquader ($60 \times 339 \times 250$) mm misst. Insgesamt wiegt das Eisenjoch 84 kg. Das Gesamtgewicht des C-förmigen Eisenjochmagneten ergibt demnach 120 kg.

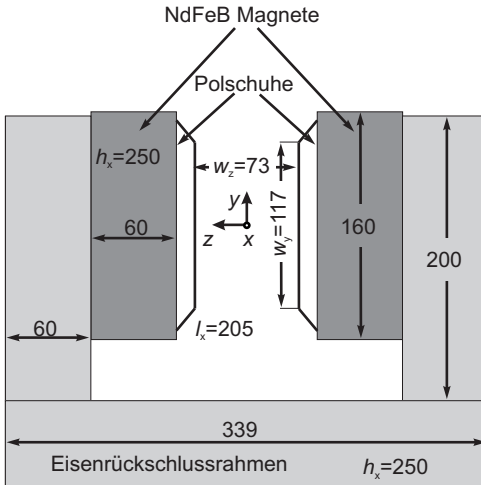


Abb. 5.3 C-förmiger Permanentmagnet mit Polschuhen und Eisenjoch. Abmaße in mm.

5.2 Laborfilter und Abscheidematrix

Der HGMS Filter ist ein zylindrischer Apparat mit kegelförmiger Einlaufgeometrie, der eine Gesamtlänge von 80 mm und ein Volumen von $56,5 \text{ cm}^3$ besitzt. Abbildung 5.4 zeigt die Konstruktionszeichnung des Filters mit den wichtigsten Abmaßen und der Vorrichtung zur Einführung eines Endoskops bzw. eines Temperatursensors.

Aufgrund des unterschiedlichen Magnetfeldverlaufs der verwendeten Magnete muss die Abscheidematrix des HGMS Filters so angeordnet werden, dass kein „magnetischer Kurzschluss“ entsteht. Bei diesem verlaufen Magnetfeldlinien parallel zur Drahtachse und es entsteht kein Magnetfeldgradient um den Draht. Die Anordnung zwischen Draht und Magnetfeld sollte daher möglichst orthogonal zueinander sein (siehe dazu Abb. 2.8).

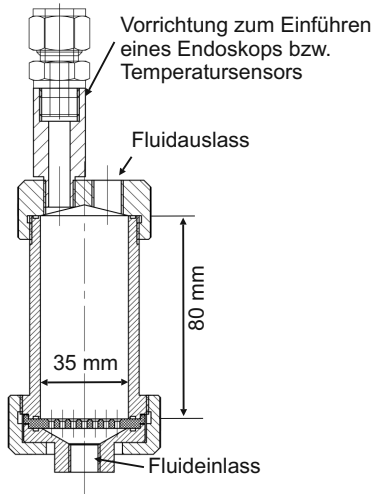


Abb. 5.4 Konstruktionszeichnung des HGMS Laborfilters mit Abmaßen.

Matrix bei Verwendung eines longitudinalen Magnetfelds Bei Verwendung des Elektromagneten entsteht ein longitudinales Feld, das parallel zur Magnetachse verläuft. Die Durchströmung einer Filterzelle erfolgt ebenfalls in Achsrichtung. Die Anordnung der Drahtmatrix muss also der longitudinalen und/oder transversalen Konfiguration entsprechen. Es eignen sich daher runde Drahtgewebescheiben für die Laborfilterzelle (siehe Abb. 5.4).

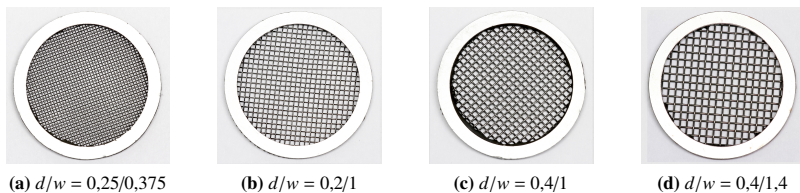


Abb. 5.5 Drahtgewebe aus magnetisierbarem Edelstahl DIN ISO 1.4016 (X6Cr17). Es ist durch aufgeklebte Aluminiumronden stabilisiert. Der Drahtdurchmesser d und der Maschenweite w ist in mm angegeben.

In den Versuchen kamen vier verschiedene Drahtgewebegeometrien aus Edelstahl DIN ISO 1.4016 (X6Cr17) AISI 430 zum Einsatz. Sie sind in Abb. 5.5 dargestellt. Jede Gitterstufe ist mit einem Aluminiumrand, der mit Epoxidharzkleber aufgeklebt ist, stabilisiert. Die Matrizen besitzen einen inneren Durchmesser von 30 mm und damit eine Anströmfläche von $7,07 \text{ E-}4 \text{ m}^2$. Der zylindrische Teil des Filters ist mit maximal 48 Stufen beladbar.

Dimensionslose spezifische Oberfläche des Drahtgewebes Die dimensionslose spezifische Oberfläche ϕ ist das Verhältnis der Drahtoberfläche O_D multipliziert mit dem Drahtdurchmesser d zu dem Gesamtvolumen der Masche V_M [40].

$$\phi = \frac{O_D d}{V_M} = \frac{2 \cdot \pi \cdot d^2 \cdot l_D}{2 \cdot d^2 (w + d)^2} \approx \frac{\pi \cdot d \sqrt{d^2 + (w + d)^2}}{(w + d)^2}. \quad (5.1)$$

Vernachlässigt man die Drahtumschlingung zur Berechnung der Drahtlänge l_D , so ist ϕ ausschließlich durch den Drahtdurchmesser d und die Maschenweite w beschreibbar. Die Abmessungen der Matrizen mit deren dimensionslosen spezifischen Oberflächen ϕ sind in der Tabelle 5.1 dargestellt.

Tabelle 5.1 Abmessungen des HGMS Abscheidendrahtgewebes

Gittertyp	Drahtdurchmesser d [mm]	Maschenweite w [mm]	ϕ [-]
0,25/0,375	0,25	0,375	1,35
0,4/1	0,4	1	0,93
0,4/1,4	0,4	1,4	0,72
0,2/1	0,2	1	0,53

5.2.1 Versuchsaufbau

Die Versuchsanlage wurde im Verlauf der Arbeit mehrmals umgebaut und durch Mess- und Steuerungstechnik erweitert. So setzte man zunächst auf einen rein manuellen Betrieb, verwendete den Labor-HGMS Filter sowie den Elektromagneten. Man wertete die Konzentration im Unfiltrat und Filtrat gravimetrisch aus bzw. bestimmte die abgeschiedene Masse auf den Drähten. Durch die Verwendung des Trübungssensors bzw. später des Partikelzählers war eine kontinuierliche bzw. halb-kontinuierliche In-line Messung möglich. Die Kalibrierung des Volumenstroms erfolgte durch die kontinuierliche gravimetrische Bestimmung des Filtratmassenstroms. Die Füllhöhenänderung und die Beladung des Filters im Verlauf des Versuchs hat keine nennenswerte Veränderung des Filtratmassenstroms zur Folge. In Abb. 5.6 ist das Prozess- und Anlagenschema dargestellt. Sie zeigt den Status der Versuchseinrichtung zum Zeitpunkt der im Teil I durchgeführten Experimente. Das Foto in Abb. 5.7 stellt den zugehörigen Versuchsaufbau mit Beschriftung dar. Das Unfiltrat liegt in einem gerührten Druckbehälter (Vorlage 21) vor. Nach Aufsteuern des gewünschten Drucks fließt es von unten nach oben durch die HGMS Zelle, die sich in einem Elektromagneten befindet. Das Filtrat verlässt die HGMS Zelle an der Oberseite und fließt in den Auffangbehälter. Der Füllstand des Auffangbehälters ist durch Schwinggabelsensoren überwacht. Bei Erreichung des Maximalstands schließt das Magnetventil (GS+-) und eine Membranpumpe fördert das Fluid über den Rücklauf zurück in den Vorlagebehälter. Der Partikelzähler (QI,

PZG) ist vor die Doppelkolbenpumpe (DKP) montiert. Sie befördert mit einem konstanten Volumenstrom in Abhängigkeit von der Stellung des 2/3-Wegehahns entweder das Unfiltrat oder das Filtrat durch die Messzelle.

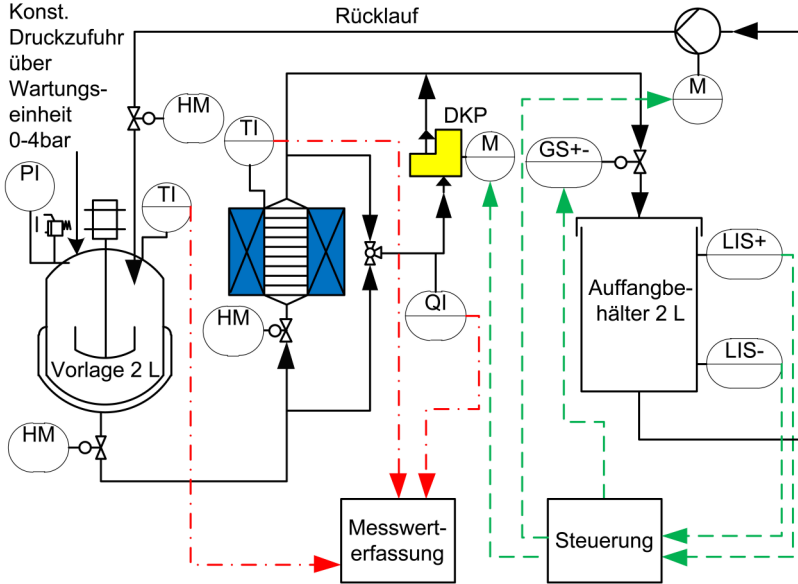


Abb. 5.6 Prozess- und Anlagenschema für die Versuche in Teil I. Bezeichnungen der Mess- und Regelstellen in Anlehnung an die Norm EN 62424 bzw. DIN 19227-1.

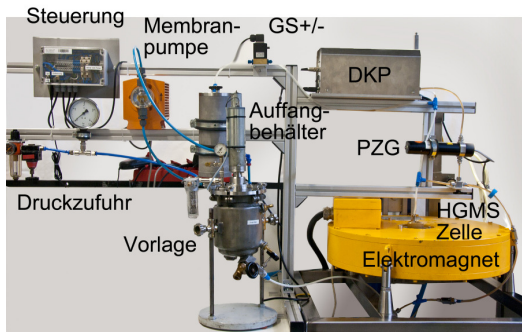


Abb. 5.7 Versuchsaufbau zur Bestimmung der Abscheideeffizienz bzw. des Trenngrads. GS+/-: Magnetventil, DKP: Doppelkolbenpumpe, PZG: Partikelzählgerät.

5.2.2 Versuchsvorbereitung und Durchführung

Zur Vorbereitung des Unfiltrats erfolgt die Wägung der benötigten Partikel in ein Rollrandglas mit einer Präzisionswaage, die eine Genauigkeit von 0,01 mg aufweist. Zunächst findet die Dispergierung der Partikel mit einer geringen Menge des abgemessenen Versuchöls im Ultraschallbad statt. Gemeinsam mit der restlichen Ölmenge stellt man eine homogene Mischung in dem gerührten Druckbehälter her. Bei der Vorbereitung ist darauf zu achten, dass es nicht zur Eintragung von Luftbläschen in das Öl kommt bzw. dass diese durch Behandlung mit Ultraschall aus dem Öl austreten können. Die Luftblasen lagern sich auf den HGMS Gittern an und behindern damit die Abscheidung von Partikeln.

Die Rührergeschwindigkeit ist durch Vorversuche so einzustellen, dass weder eine gleichmäßige Absedimentation (zu langsames Rühren) stattfindet noch ein Teetasseneffekt bzw. Lufteintragung (zu starkes Rühren) auftritt und es zur Aufkonzentrierung von Partikeln in der Mitte des Behälterbodens kommt.

Vor der Durchströmung der Messzelle schaltet man den Elektromagneten mit der gewünschten Stromstärke ein. Durch Aufsteuern des Drucks startet die Durchströmung der HGMS Zelle.

6 Abtrennung von Verunreinigungen aus Schmier- und Getriebeöl

Im vorliegenden Kapitel sind die experimentellen Ergebnisse zur Abtrennung magnetisierbarer und nichtmagnetisierbarer Partikel aus viskosen Medien zusammengefasst. Das Ziel der Untersuchung liegt darin, ein detailliertes Verständnis für die ablaufenden Prozesse zu erhalten, um Aussagen zur Auswirkung von Prozess- und Apparateparametern treffen zu können.

6.1 Abscheidung an Einzeldrahtgewebestufe

Die Charakterisierung der Magnetseparationszelle hinsichtlich der Abscheideeffizienz als Funktion der Strömungsgeschwindigkeit bzw. des Volumenstroms und der Magnetflussdichte erfolgt durch Versuche mit einer Einzeldrahtgewebestufe, die im Zentrum der Labor HGMS Zelle (siehe Abb. 5.4) angeordnet ist. Die Versuche finden mit den vier verschiedenen Drahtgeweben, die in Kapitel 5.2 beschrieben sind, statt. Die Magnetitpartikel (Bayoxide E8709) liegen in FVA2 Öl mit einer Unfiltratkonzentration von 100 mg/l vor. Bei jedem Singlepass Versuch ist das filtrierte Volumen konstant gehalten. Die Auswertung der Versuche erfolgt durch gravimetrische Bestimmung der abgeschiedenen Masse auf dem Drahtgewebe, wie in Abschnitt 3.1.1 beschrieben. Für jeden Messpunkt dienen drei Wiederholungsversuche zur Bestimmung des Mittelwerts und der Messabweichung.

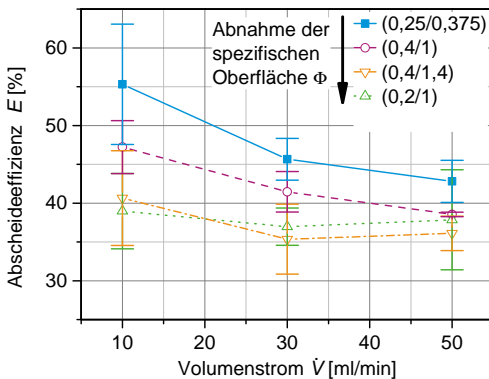


Abb. 6.1 Abscheideeffizienz einer Einzelgewebestufe im Singlepass Test bei konstanter magnetischer Flussdichte von 0,12 T. Die Diagrammlegende listet die Gittergeometrieabmessungen (Drahtdurchmesser/ Maschenweite in mm) von oben nach unten mit abnehmender spezifischer Oberfläche ϕ auf.

Abbildung 6.1 zeigt, dass die Abscheideeffizienz bei konstanter magnetischer Flussdichte ($B = 0,12 \text{ T}$) mit zunehmendem Volumenstrom, von 10 ml/min auf 50 ml/min , abnimmt. So liegt die Abscheideeffizienz abhängig vom eingesetzten Drahtgewebe bei 10 ml/min (d. h. 14 mm/min) zwischen 40% und 55% ; bei 50 ml/min erreicht man einen Wert im Bereich von 38% und 42% . Unabhängig vom Volumenstrom ist erkennbar, dass das Drahtgitter $0,25/0,375$ die höchste Abscheideeffizienz besitzt, dagegen ist die des Gewebes $0,4/1,4$ am niedrigsten. Die Abtrenneffizienzen der beiden anderen Gittertypen liegen dazwischen. Es gilt demnach, dass die Abscheideeffizienz mit steigender spezifischer Oberfläche ϕ zunimmt.

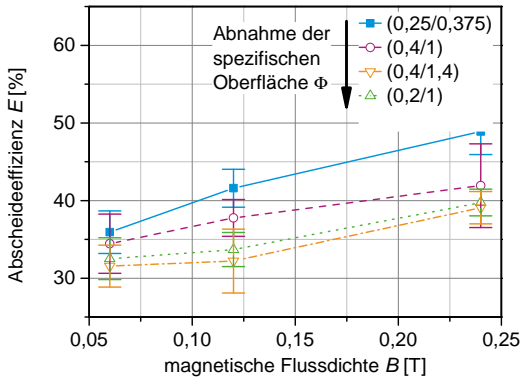


Abb. 6.2 Abscheideeffizienz einer Einzelgewebestufe im Singlepass Test bei konstantem Volumenstrom von 30 ml/min . Die Diagrammlegende listet die Gittergeometrieabmessungen (Drahtdurchmesser/ Maschenweite in mm) von oben nach unten mit abnehmender spezifischer Oberfläche ϕ auf.

Steigert man die magnetische Flussdichte B von $0,06 \text{ T}$ auf $0,24 \text{ T}$ bei konstantem Volumenstrom von 30 ml/min , so zeigt Abb. 6.1, dass die Abscheideeffizienz zunimmt. Die Werte liegen zwischen 30% und 36% bei der niedrigsten Magnetflussdichte von $0,06 \text{ T}$ und steigen auf Abscheideeffizienzen zwischen 39% und 49% bei $0,24 \text{ T}$. Auch hier gilt, wie oben, dass der Gittertyp $0,25/0,375$ die besten Ergebnisse erzielt und man mit dem Gewebe $0,4/1,4$ die niedrigste Abscheideeffizienz erreicht. Die Messreihe bestätigt, dass die Abtrenneffizienz durch die Erhöhung der spezifischen Oberfläche ϕ steigerbar ist.

Die beiden Messreihen zur Abtrennung mit einer einzelnen Drahtgewebestufe zeigen, dass die Abscheideeffizienz von der Drahtgewebegeometrie abhängt. Steigert man die dimensionslose spezifische Oberfläche ϕ des Drahtgewebes, so verbessert sich die Abscheideeffizienz. Erwartungsgemäß lässt sie sich auch durch die Reduktion der Anströmgeschwindigkeit und durch Erhöhung der magnetischen Flussdichte des Hintergrundfelds steigern.

6.2 Berechnung der Abscheidung an mehreren Drahtgewebestufen

Die theoretische Betrachtung der Abscheideeffizienz dient dem Verständnis des Einflusses unterschiedlicher Parameter auf den Separationsprozess. Die Abscheideeffizienzberechnung

erfolgt anhand der Methode aus Kapitel 2.3.2. Als Eingangsgrößen gehen die Eigenschaften des Partikelsystems Alroko M40 LST und die des FVA2 Öls bei 20 °C in die Berechnung ein. Die integrale Abscheideeffizienz der vier verschiedenen Gittergeometrien berechnet man in Abhängigkeit von der Stufenanzahl N .

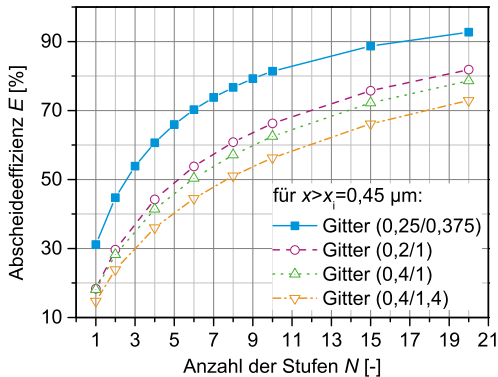


Abb. 6.3 Berechnung der Abscheideeffizienz mehrerer hintereinander geschalteter Stufen N . Berechnet für die vier Gittertypen (0,4/1,4), (0,4/1), (0,2/1), (0,25/0,375) mit Alroko M40 LST in FVA2 Öl (73 mPa s): 30 ml/min, 0,12 T.

Abbildung 6.3 zeigt die Ergebnisse für die Partikelfraktion größer $0,45 \mu\text{m}$. Die Kurven der Separationseffizienz beschreiben einen exponentiellen Anstieg mit zunehmender Anzahl an Separationsstufen N . Betrachtet man das Gitter mit den Abmessungen (0,4/1,4), so ist erkennbar, dass die Abscheideeffizienz einer Stufe 14,8 % beträgt und dann ansteigt. Sie erreicht bei 20 hintereinander gereihten Stufen 72,9 %. Je feiner das Gitter, d. h. je größer die spezifische Oberfläche, umso höher ist die Abscheideeffizienz. Mit dem feinsten Gewebe (0,25/0,375) erreicht man bei 20 Stufen $E = 92,73 \%$.

6.3 Multi-Pass Versuch

Die Abtrennung der Alroko M40 LST Magnetitpartikel und Windenergieanlagenfilterpartikel (WEA0) aus FVA2 Öl findet im Multi-Pass statt. Das bedeutet, dass das Vorlagevolumen von 1,5 l mit einer Anfangsmassenkonzentration von 3 mg/l mehrfach durch den HGMS Filter fließt. Die Suspensionskonzentration nimmt dadurch kontinuierlich ab. Diese Versuchsweise ähnelt den Bedingungen in der Praxis. Der Unterschied besteht darin, dass in dieser Arbeit keine Partikelzugabe erfolgt. Alle Versuche finden bei konstantem Volumenstrom von 30 ml/min statt. Dies entspricht einer Anströmgeschwindigkeit von 0,707 mm/s und ein Umlauf des Öls dauert 50 Minuten.

Die in der Praxis übliche Unfiltratkonzentration von 3 mg/l ermöglicht den Einsatz des Partikelzählers zur Messung der Unfiltrat- und Filtratkonzentration. Die folgenden Abscheideeffizienzen beziehen die Filtratkonzentration auf die Anfangskonzentration des Unfiltrats. Die Grundverschmutzung des sauberen Öls (Nullmessung), welche schon vor der Zugabe

der abzutrennenden Partikel vorliegt, wurde vernachlässigt.

6.3.1 Abtrennung der Modellpartikel Alroko M40 LST

Abbildung 6.4 zeigt die Abscheideeffizienz E von Alroko M40 LST Partikeln aus FVA2 Öl als Funktion der Versuchszeit t . Zum Einsatz kommen zwei verschiedene Gewebe jeweils als Einzelstufen und die Kombination aus jeweils zehn dieser beiden Drahtgewebe zu einer Mehrstufenanordnung.

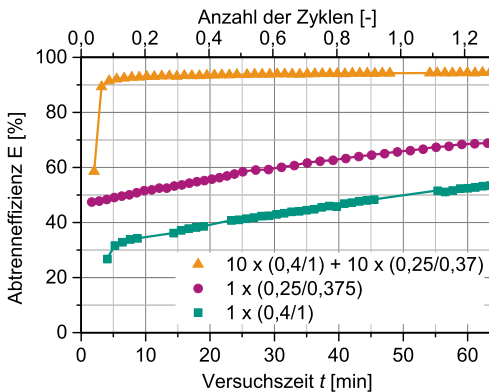


Abb. 6.4 Abscheideeffizienz von Alroko M40 LST Partikeln aus FVA2 Öl für zwei Einzelstufen- und eine Mehrstufenanordnung. In der Legende steht die verwendete Gitterstufenanzahl mit der entsprechenden Gittergeometrie.

Der Abscheideverlauf des Einzelstufenexperimentes mit der groben Matrix (0,4/1, Rechtecksymbole) zeigt, dass in den ersten zehn Minuten die Effizienz von 26 % auf 35 % ansteigt. Nach 64 Minuten erreicht man 55 %. Die Abscheidekurve der feinen Einzelstufe (0,25/0,375, Kreissymbole) verhält sich ähnlich wie die der groben Abscheidestufe, insgesamt liegt die Abscheideeffizienz erwartungsgemäß aber um ca. 15 % darüber. Innerhalb der ersten zehn Minuten steigt sie auf 52 % an und beträgt 70 % am Ende der Versuchszeit.

Verwendet man eine Mehrstufenanordnung (Dreiecksymbole) aus jeweils zehn groben (4,1/1) und feinen (0,25/0,375) Drahtgewebescheiben, so verbessert sich das Ergebnis deutlich gegenüber den Einzelstufenexperimenten. Die Effizienz steigt schnell auf 94 % und bleibt anschließend konstant.

Der starke Anstieg der Kurven zu Beginn des Versuchs ist damit zu erklären, dass anfangs die Abscheidekammer und die gesamten Leitungen auf der Filtratseite mit Unfiltrat gefüllt sind. Nach Einschalten des Elektromagneten erfolgt die Trennung. Dadurch nimmt die Konzentration im Filtrat stark ab und bleibt dann konstant. Da das Filtrat wieder zurück in den Unfiltratbehälter fließt und keine Partikelzugabe erfolgt, sinkt die Eingangskonzentration stetig ab, solange Partikelabscheidung stattfindet. Die gezeigte Abscheideeffizienz bezieht die kontinuierlich registrierte Filtratkonzentration auf die Unfiltratkonzentration zu Beginn des Versuchs. Sie steigt daher solange an, bis alle magnetisierbaren Partikel abgetrennt sind

oder bis die Sättigung der Abscheidewebe einsetzt. Die Sättigung ist in den Experimenten noch nicht erreicht.

Abbildung 6.5 zeigt den Trenngrad bei $t = 10$ min. Im Fall der Einzelstufenversuche erkennt man, dass der Trenngrad mit größer werdendem Äquivalentdurchmesser ansteigt und anschließend konstant bleibt. Im Fall des groben Gitters (0,4/1) steigt er von 22 % bei $1,5 \mu\text{m}$ bis auf über 90 % für Partikelgrößen größer als $10 \mu\text{m}$. Der Trenngradverlauf des feinen Gitters (0,25/0,375) beginnt bei 35 % für Partikelgröße $1,5 \mu\text{m}$ und endet bei 98 % für Partikelgrößen über $10 \mu\text{m}$. Der Trenngrad des Gitterstapelexperimentes ist konstant bei 90 %. Das zeigt, dass alle Partikel größer als $1,5 \mu\text{m}$ durch einen Gitterstapel bestehend aus 20 Gewebescheiben zu 90 % abtrennbar sind.

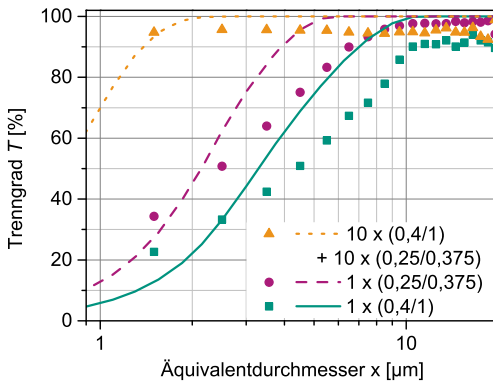


Abb. 6.5 Trenngrad von Alroko M40 LST Partikeln aus FVA2 Öl nach $t = 10$ min. Vergleich von zwei Einzelstufen und einem Gitterstapel. Symbole sind experimentelle Daten, Linien zeigen theoretische Berechnung.

Der Vergleich der experimentellen Ergebnisse mit den berechneten Kurven in Abb. 6.5 zeigt, dass die theoretische Berechnung das experimentell ermittelte Verhalten qualitativ gut wiedergibt. Nichtsdestotrotz ist sichtbar, dass sich die Steigungen der Trenngradkurven untereinander unterscheiden und dass die experimentellen Daten keine 100 % Abtrenneffizienz erreichen. Die theoretisch bestimmte Trenngradkurve der Alroko M40 LST Partikel bei Verwendung des groben Drahtgewebe (0,4/1) steigt von 2 % bei $0,7 \mu\text{m}$ auf 100 % bei $11 \mu\text{m}$ an. Im Vergleich dazu ist die Trenngradkurve des groben Gitters nach links verschoben. Die Kombination beider Gitter zu einer zwanzigstufigen Anordnung führt zur weiteren Verbesserung der Abtrennung und die Trenngradkurve verläuft noch weiter links. Bei $0,7 \mu\text{m}$ ist der Trenngrad knapp über 20 % und erreicht bei $2 \mu\text{m}$ 100 %.

6.3.2 Abtrennung der Partikel aus dem Windenergieanlagenfilter (WEA0-Partikel)

Die Magnetseparation von Schmierölverunreinigungen aus einem Windenergieanlagenfilter (WEA0 Partikel) findet mit der zuvor verwendeten zwanzigstufigen Anordnung aus zehn groben (0,4/1) und zehn feinen (0,25/0,375) Gewebescheiben statt. Die gesamte Testzeit

beträgt 285 min. In Abb. 6.6 ist die Abscheideeffizienz E in Abhängigkeit von der Versuchszeit t dargestellt. Zu Beginn des Experiments verzeichnet man 39 %, nach 64 min steigt sie auf 49 % an und am Ende erreicht sie 67 %.

Ein Vergleich zwischen den Abtrennergebnisse der WEA0 Partikel und der Alroko M40 LST Partikel (Mehrstufenexperiment) zeigt, dass die Abscheideeffizienz der WEA0 Partikel niedriger ist. Dies liegt an der unterschiedlich wirkenden magnetischen Geschwindigkeit (Gl. 2.31), da sie abhängig von der Magnetisierung und der Partikelgröße ist. Die WEA0 Partikel besitzen eine größere Menge grober Teilchen über $20\ \mu\text{m}$ als die Alroko M40 LST Partikel. Dies müsste sich also positiv auf die magnetische Geschwindigkeit und damit die Abscheideeffizienz auswirken. Die niedrigen Messwerte sind daher hauptsächlich auf die deutlich niedrigere Magnetisierung der WEA0 Partikel zurückzuführen. Sie beträgt lediglich $11\ \text{Am}^2/\text{kg}$ und ist damit um 87 % geringer als die der Magnetitpartikel.

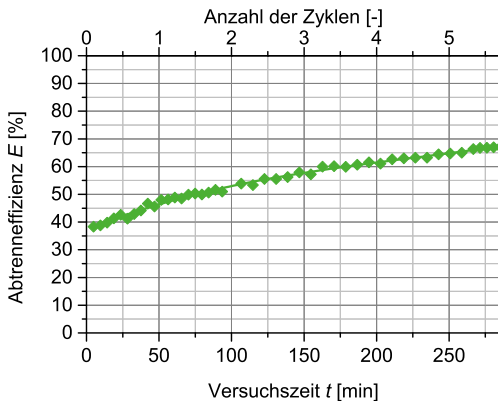


Abb. 6.6 Abscheideeffizienz der WEA0 Partikel aus FVA2 Öl mit Hilfe der zwanzigstufigen Anordnung aus zehn groben (0,4/1) und zehn feinen (0,25/0,375) Drahtgewebeschleiben.

Der Trenngrad der WEA0 Partikel ist in Abhängigkeit von der Versuchszeit 10 min, 37,5 min, 150 min und 275 min in Abb. 6.7 gezeigt. Die WEA0 Trenngradkurve zur Versuchszeit 10 min zeigt, dass kleinere Partikel schlechter als große abgetrennt werden. So liegt der Trenngrad der Partikel mit der Größe $1,5\ \mu\text{m}$ bei 30 % und steigt auf 81 % bei $20\ \mu\text{m}$ an. Die Form der Trenngradkurven ähneln sich, wobei sie mit zunehmender Versuchszeit nach links und oben verschoben sind. Der berechnete Trenngrad der WEA0 Partikel steigt von 7 % bei $0,7\ \mu\text{m}$ auf 100 % bei $6\ \mu\text{m}$ an.

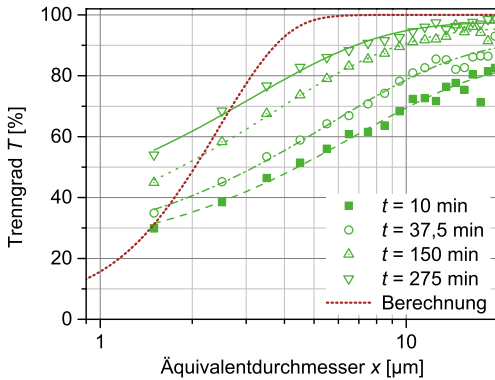


Abb. 6.7 Trenngrad von WEA0 Partikeln aus FVA2 Öl zu $t = 10$ min, $t = 37,5$ min, $t = 150$ min und $t = 275$ min

6.3.3 Chemische Analyse der WEA0 Partikel

Die Abtrennergebnisse der WEA0 Partikel zeigen, dass sie zu einem hohen Anteil abtrennbar sind. Die chemische Analyse der Partikel aus dem Unfiltrat und die der abgeschiedenen Partikel soll klären, welche Zusammensetzung beide Fraktionen haben. Zur Untersuchung der auf dem Abscheidegitter abgelagerten Partikel baut man die Stufen nach dem Versuch aus. Anschließend findet die Ablösung der abgelagerten Partikel von den Drahtgewebescheiben mit n-Heptan unter Ultraschalleinsatz statt. Diese Suspension ist mit Hilfe eines Laborvakuumfilters und einer $0,2 \mu\text{m}$ Millipore-Membran filtrierbar. Abschließend erfolgt die Trocknung und Wägung der abgetrennten Partikel, bevor die ICP-OES Untersuchung stattfinden kann. Die Ergebnisse sind in Abb. 6.8 dargestellt.

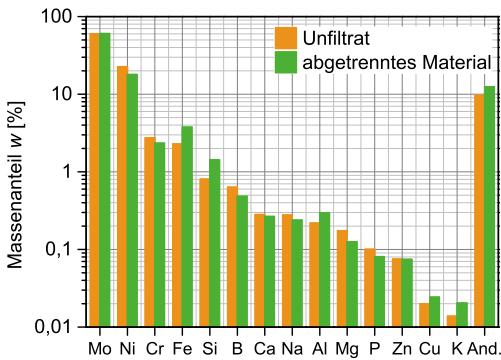


Abb. 6.8 Chemische Analyse (ICP-OES) von WEA0 Partikeln im Unfiltrat und in der abgeschiedenen Fraktion

Das Diagramm zeigt, dass die Partikel mehrheitlich aus Molybdän (Mo), Nickel (Ni), Chrom

(Cr) und Eisen (Fe) bestehen. Der Massenanteil w von Mo beträgt sowohl für die Partikel aus dem Unfiltrat als auch für die abgeschiedenen Partikel 60 Ma.%. Der Ni-Massenanteil w im Unfiltrat ist 23 Ma.% und der der abgetrennten Partikel 18 Ma.%. Für Cr und Fe liegen die Massenanteile jeweils zwischen 2–4 Ma.%. Der Anteil der Elemente, die nicht bestimmbar sind (abgekürzt mit And.), wie Sauer-, Kohlen- und Wasserstoffe liegt bei 10 Ma.%. Nur Nickel und Eisen sind gewöhnlicherweise ferromagnetischen Komponenten. Rechnet man die Massenanteile dieser beiden Komponenten zusammen, bedeutet es, dass nur 25 % der Partikel im Unfiltrat ferromagnetisch sind. Es ist davon auszugehen, dass beide Elemente mit Sauerstoff Oxide bilden und daher einen größeren Massenanteil ausmachen. Allerdings sind nur bestimmte Gitterkonfigurationen ferromagnetisch (z. B. martensitisches Gitter) und andere nicht (z. B. austenitischer Edelstahl), siehe dazu Kapitel 2.1.1.

Die Analyse zeigt, dass die Partikelzusammensetzung des Unfiltrats und der abgeschiedenen Substanz nahezu gleich ist. Die geringen Variationen sind auf Ungenauigkeit der Messmethode zurückzuführen und sind daher zu vernachlässigen. Dies bedeutet, dass es zur Agglomeration magnetisierbarer und nichtmagnetisierbarer Partikel kommt.

6.3.4 Zusammenfassung und Diskussion

Die Ergebnisse von Alroko M40 LST aus FVA2 zeigen, dass die Abtrennung mit der feinen Matrix (0,25/0,375) besser gelingt als mit der groben Matrix (0,4/1). Dies bestätigt die Ergebnisse aus Abschnitt 6.1. Verwendet man eine Mehrstufen-Abscheidekammer, so verbessert sich erwartungsgemäß die Abtrennung deutlich gegenüber dem Einzelstufenprozess. Die Effizienz erreicht sehr schnell 94 % und bleibt dann konstant. Die Untersuchung der Abscheideeffizienz der WEA0 Partikel findet mit der Mehrstufen-Anordnung statt. Die Abscheideeffizienz liegt am Anfang bei 39 % des Experiments und steigt nach 64 min auf 49 % an und erreicht am Ende nach 275 min 67 %.

Die chemische Analyse zeigt, dass 25 % der Schmierölverunreinigung aus Ni und Fe besteht. Die Magnetisierung der WEA0 Partikel beträgt $12,4 \text{ A/m}^2/\text{kg}$, d. h. im Verhältnis zu Alroko M40LST beträgt sie lediglich 13,5 %. Der Vergleich der Partikelgrößenverteilung zeigt, dass WEA0 massenspezifisch mehr große Partikel besitzt als Alroko M40 LST. Die Charakterisierung erfolgt mittels des Partikelzählers jedoch anzahlsspezifisch. Bei Umrechnung der massenbezogene in die anzahlsspezifische Verteilung spielen die großen Partikel jedoch keine Rolle und der Unterschied ist vernachlässigbar. Die Abscheideeffizienz von WEA0 im Vergleich zu Alroko M40 LST ist verhältnismäßig höher als die Magnetisierung vermuten lässt. Auch der Vergleich der chemischen Zusammensetzung der abgetrennten Partikel mit den Unfiltratpartikel zeigt, dass im Rahmen der Messgenauigkeit kein Unterschied besteht. Daher weisen die Ergebnisse darauf hin, dass magnetisierbare mit nichtmagnetisierbaren Partikeln abgetrennt werden.

Die berechnete Abscheideeffizienz und der berechnete Trenngrad geben die experimentellen Ergebnisse qualitativ gut wieder. Die Abweichung zwischen Experiment und Berechnung sind anhand der Vereinfachungen des theoretischen Modells erklärbar. Die Ergebnisse der Berechnung hängen davon ab, wie genau das Strömungsverhalten im Trennapparat und die

Partikelwechselwirkungen im Magnetfeld durch das Berechnungsmodell abgebildet sind. Beides soll im Folgenden genauer betrachtet werden.

Die Berechnung der Abscheideeffizienz nach Kapitel 2.3.2 basiert auf dem Einfangradius, der sich mit Hilfe des Potentialströmungsmodells ergibt. Berücksichtigt man, dass es sich um ein viskoses Öl handelt, ist davon auszugehen, dass die Scherkräfte nicht vernachlässigbar sind. Ein Modell, das kriechende Umströmung berücksichtigt, erscheint daher zunächst besser geeignet. Die Arbeit von Franz u. a. [23] zeigt eine implizite Lösung für den Einfangradius bei kriechender Umströmung und einen Vergleich mit dem Potentialströmungsmodell.

Erwartungsgemäß ist der Einfangradius, der nach dem Potentialströmungsmodell berechnet ist, größer als der nach dem Modell der kriechenden Umströmung. Dies kommt daher, dass die Partikelbahnen unter Vernachlässigung der Scherkräfte näher an dem Abscheidendraht vorbeiführen und dadurch die Partikel einfacher eingefangen werden. Franz u. a. zeigen aber auch, dass der Unterschied beider Modelle für kleine Partikel $x < 10 \mu\text{m}$ vernachlässigbar klein ist. Er wächst jedoch mit zunehmender Re -Zahl und dem v_m/v_0 Verhältnis, welches proportional zur Partikelgröße x ist.

Da der Einfangradius von Partikelbahnen ausgeht, ist die anzahlgewichtete Verteilung maßgeblich für die Berechnung. Die in dieser Arbeit verwendeten Partikelsysteme sind logarithmisch-normal verteilt, wie aus den Diagrammen in Abb. 4.6 hervorgeht. Transformiert man die volumengewichtete Summenverteilung Q_3 unter der Annahme kugelförmiger Partikel in eine anzahlgewichtete Summenverteilung Q_0 , so zeigt sich, dass der Anteil der Partikel, die größer als $10 \mu\text{m}$ sind, vernachlässigbar ist. Diese Tatsache bedeutet, dass der Unterschied zwischen dem Modell der kriechenden Umströmung und dem Potentialströmungsmodell sehr klein ist. Die Verwendung der expliziten Form des Einfangradius R_c aus dem Potentialströmungsmodell ist daher für die Problemstellung dieser Arbeit geeignet.

Der zweite entscheidende Punkt ist die Beschreibung der Partikelwechselwirkungen im Magnetfeld durch das Berechnungsmodell. Experimentelle Beobachtungen zeigen, dass magnetisch-induzierte Agglomeration von Magnetpartikeln in den verwendeten Abtrennapparaten auftritt. Sie findet aufgrund magnetischer Dipolwechselwirkungen statt. Nicht magnetisierbare Partikel werden durch den Einschluss zwischen magnetisierte Partikel in das Agglomerat eingebunden. Dadurch kommt es erwartungsgemäß zum Anwachsen der Partikelgröße und einer Größenverteilungsänderung. Gleichzeitig besitzen die Agglomerate eine geringere magnetische Suszeptibilität aufgrund des Einschlusses von diamagnetischem Fluid oder Partikeln [23].

Die Agglomeration von magnetisierbaren Partikeln untereinander, aber auch die Heteroagglomeration, sind nicht in der Berechnung des Einfangradius einbezogen und stellen daher die Ursache für die Abweichungen dar. Nichtsdestotrotz stellt die Berechnungsmethode ein geeignetes Werkzeug dar, um den Geometrieinfluss der Abscheidematrix auf die Abtrenneffizienz abzuschätzen und dadurch die Auslegung durchführen zu können.

6.4 Heteroagglomeration - Modellversuche und Erklärungen

Das Ergebnis der ICP-OES Untersuchungen im Abschnitt 6.3.3 zeigt, dass magnetisierbare und nichtmagnetisierbare Elemente gemeinsam im Magnetfeld abtrennbar sind. Die Hypothese ist, dass dies durch Magnetfeld-induzierte Heteroagglomeration von magnetisierbaren und nichtmagnetisierbaren Partikeln gelingt. Ziel der nachfolgenden Versuche ist es, mit den in Abschnitt 4.2 vorgestellten Modellpartikeln zu untersuchen, ob auch hier Heteroagglomeration auftritt.

6.4.1 Versuchsdurchführung

Die vier Modellsysteme bestehen aus je einer magnetisierbaren und einer nichtmagnetisierbaren Komponente, die im Abschnitt 4.2 vorgestellt sind. Die magnetisierbaren Komponenten sind Alroko M40 LST (Fe_3O_4) und das Hydac 300 Eisenpulver (Fe); die nichtmagnetisierbaren Komponenten sind Sikron SF 300 Quarzmehl (SiO_2), ECKA Messingpulver (CuZn) und OKS 100 Molybdänsulfid (MoS_2).

Der magnetisierbare Massenanteil beträgt 0, 25 bzw. 30, 50, 75 bzw. 70 und 100 Ma.%. Im Anschluss an die Einwaage beider Komponenten in ein Rollrandglas erfolgt die Trockenmischung im Rotator. Nach der Suspendierung der Partikel in FVA2 Öl (8 mg/l) findet die Abtrennung im HGMS Filter bei 30 ml/min statt, d. h. die Anströmgeschwindigkeit beträgt 7,07 mm/s. Der Versuchsaufbau ist Abb. 5.6 zu entnehmen. Das saubere FVA2 Öl (Volumen 1 l) fließt zunächst durch die Anlage, um die Nullmessung durchzuführen. Man benötigt sie zur Korrektur der Messwerte von Unfiltrat und Filtrat. Anschließend erfolgt die Zugabe des Partikelgemisch-Öl Konzentrats und die Dispergierung im Vorlagebehälter. Der HGMS Filter ist mit 20 Gitterstufen vom Typ 0,25/0,375 (siehe Abb. 5.5) ausgestattet. Zwischen den Stufen befindet sich jeweils ein Abstandhalter der Höhe 2 mm. Die Magnetflussdichte im Zentrum des Magneten ist auf 0,15 T (20 A, ungekühlter Elektromagnet) eingestellt. Zur Charakterisierung dient die Partikelzählung des Unfiltrats und Filtrats.

Umrechnung vom massen- in anzahlgewichteten Anteil eines Zweikomponenten-gemisches Wie bereits erwähnt, erfolgt die Herstellung der Ausgangsgemische massenspezifisch. Da der Partikelzähler die Konzentration im Unfiltrat und Filtrat bestimmt, muss der massenspezifische in den anzahlgewichteten Anteil umgerechnet werden. Dies geschieht mit der Partikelanzahl der jeweils rein vorliegenden Komponenten.

Tabelle 6.1 zeigt die im Unfiltrat bei 8 mg/l vorliegenden Anzahlkonzentrationen $c_{n,i}$ der einzelnen Komponenten. Die Nullmessung, d. h. die Partikelkonzentration im „sauberen“ Öl, ist von den Messergebnissen abgezogen. Aus diesen Werten lässt sich, gemeinsam mit dem massenspezifischen Anteil $x_{m,i}$, der anzahlgewichtete Anteil $x_{n,i}$ berechnen. Der Zusammenhang lautet wie folgt:

$$x_{n,1} = x_{m,1} \cdot c_{n,1} / (x_{m,1} \cdot c_{n,1} + (1 - x_{m,1}) \cdot c_{n,2}). \quad (6.1)$$

Tabelle 6.1 Anzahlkonzentration des Unfiltrats der einzelnen Stoffe bei der Massenkonzentration von 8 mg/l.

Partikelsorte	Anzahlkonzentration (kumulativ > 4 μm) [-/ml]	Fehler [-/ml]
Fe ₃ O ₄	44301,4	9819,6
MoS ₂	40968	3596,2
CuZn	9999,6	462,6
SiO ₂	46072,3	4641,8
SiO ₂ *	6039,1	652,6
Fe-Pulver*	686,6	153,9

* > 10 μm

6.4.2 Abtrennergebnisse

Die Untersuchungsergebnisse der fünf unterschiedlichen Gemische sind in Abb. 6.9 dargestellt. Das Diagramm zeigt die Abscheideeffizienz in Abhängigkeit vom anzahlgewichteten Anteil der magnetischen Komponente. Die Werte beziehen sich auf die Gesamtzahl an Partikeln größer 4 μm . Das Gemisch SiO₂-Fe besitzt ausschließlich magnetisierbare Partikel größer 10 μm . Daher ist die Abscheideeffizienz für alle Partikel größer 10 μm angegeben.

Zusammenfassend lässt sich erkennen, dass die Abscheideeffizienz am niedrigsten ist, solange keine magnetisierbare Komponente vorliegt. Bei Quarz und Molybdänsulfid schwanken die Werte um 5–8 %. Die Messunsicherheit liegt zwischen 5–15 %. Die Abscheideeffizienz des Messing (CuZn) beträgt 60 \pm 5 %. Da das Material diamagnetisch und nur schwach magnetisierbar ist, kann man die Abtrennung aufgrund von Magnetkraft ausschließen. Versuchsbeobachtungen zeigen, dass CuZn sehr schnell sedimentiert. Die Dichte des Messings ist mit 8,46 g/cm³ sehr hoch. Sie ist nahezu doppelt so groß wie die des MoS₂ (4,87 g/cm³) und über dreimal so hoch wie die des SiO₂ (2,65 g/cm³). Es muss folglich davon ausgegangen werden, dass im Fall des CuZn Abscheidung durch Sedimentation auftritt.

Nimmt man an, dass nur magnetisierbares Material innerhalb eines Gemisches abtrennbar ist, müsste der Wert des Trenngrads bzw. der Abscheideeffizienz mit dem des anzahlgewichteten Anteils der magnetischen Komponente übereinstimmen. Folglich erwartet man einen proportionalen bzw. linearen Verlauf der Abscheideeffizienz über dem Anzahlanteil der magnetischen Komponente. Ein überproportionales Verhältnis ist ein Indiz für das Auftreten von Heteroagglomeration.

Aus Abb. 6.9 geht hervor, dass die Abscheideeffizienz erwartungsgemäß mit größer werdendem Anteil an magnetisierbarer Komponente zunimmt. Liegt der Anteil bei null, so ist auch die Abscheideeffizienz sehr gering. Dies gilt für alle betrachteten nichtmagnetisierbaren

Partikel mit Ausnahme von MoS_2 . Zieht man Abscheideeffizienz der nichtmagnetisierbaren Komponente anteilmäßig von dem jeweiligen Ergebnis ab, ergibt sich, dass die Abtrenneffizienz der Gemische $\text{MoS}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$ und $\text{SiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$ jeweils größer als der Anteil der magnetischen Komponente ist. Dies spricht klar für eine Heteroagglomeration zwischen der magnetisierbaren und der nichtmagnetisierbaren Komponente. Bei den beiden anderen Gemischen kann jedoch keine Heteroagglomeration nachgewiesen werden.

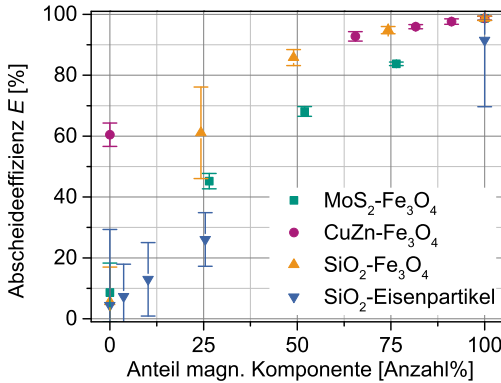


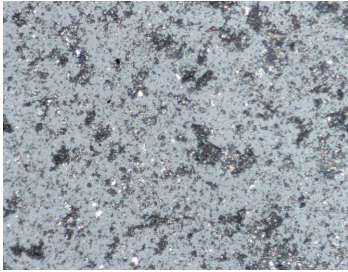
Abb. 6.9 Die Gesamtabscheideeffizienz nimmt mit größer werden dem Anteil der magnetischen Komponente zu. Die Auswertung des Gemisches SiO_2 und Eisenpartikel findet mit Messwerten ab Durchmesser $10\ \mu\text{m}$ statt.

6.4.3 Verhalten der Partikel im Magnetfeld

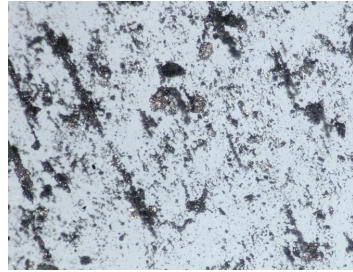
Der folgende Abschnitt zeigt mit Hilfe von Makroskopaufnahmen das Verhalten der Partikel im Magnetfeld. Die magnetisierten Partikel richten sich entsprechend der äußeren Magnetfeldrichtung aus und ziehen sich gegenseitig an.

Die Arbeitshypothese ist, dass dazwischenliegende nichtmagnetisierbare Partikel auf diese Weise eingebunden werden und sich das sogenannte Heteroagglomerat anschließend an der HGMS Matrix ablagert. Wie gut dies gelingt, hängt von den zwischenpartikulären Kräften ab. Um das Verhalten der Modellpartikel mit den Praxispartikeln vergleichen zu können, eignen sich Makroskopaufnahmen. Sie geben einen Eindruck von der Morphologie der Partikel und ihrem Verhalten im Magnetfeld.

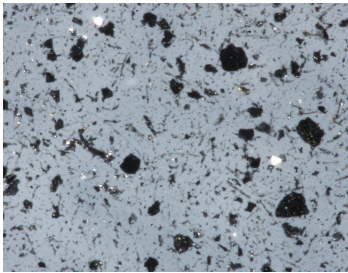
Die Abb. 6.10 zeigt Makroskopaufnahmen verschiedener Praxispartikel mit und ohne Magnetfeldeinfluss. Man erhält einen Eindruck über die Magnetisierbarkeit der Partikel anhand der ausgebildeten Partikelketten. Die Aufnahmen zeigen, dass die Partikelzusammenlagerung der WEA1 Partikel am stärksten ausgeprägt ist. Dies bestätigt die Ergebnisse der Magnetisierungsmessungen in Abschnitt 4.1. Sie hatten ergeben, dass WEA1 die höchste Magnetisierbarkeit besitzt.



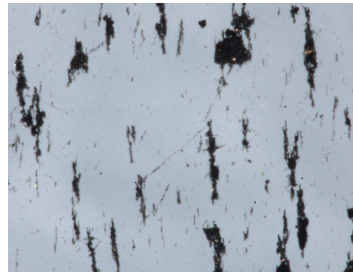
(a) WEA0, nichtmagnetisiert



(b) WEA0, magnetisiert



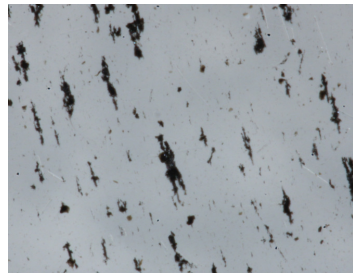
(c) WEA1, nichtmagnetisiert



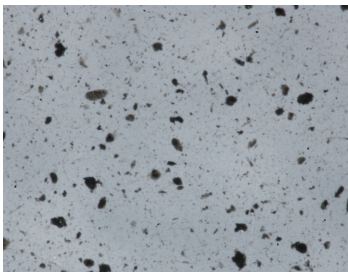
(d) WEA1, magnetisiert



(e) WEA2, nichtmagnetisiert



(f) WEA2, magnetisiert



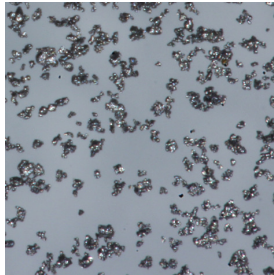
(g) WEA3, nichtmagnetisiert



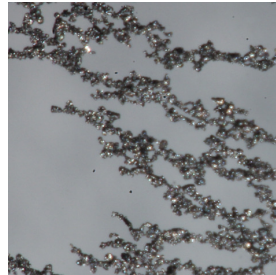
(h) WEA3, magnetisiert

Abb. 6.10 Mikroskopieaufnahmen der WEA Partikel.

Das Eisenpulver Hydac 300 formiert sich durch den Magnetfeldeinfluss zu langen, verzweigten Ketten (siehe Abb. 6.11b). Mischt man es im Ma.-Verhältnis 3:1 mit Quarzmehl (SiO_2) und setzt das Gemisch einem Magnetfeld aus, ist erkennbar, dass einzelne SiO_2 Partikel zwischen den Ketten eingeschlossen sind. Der größte Teil des Quarzmehls verbleibt jedoch außerhalb des Heteroagglomerats. Eine Abtrennung durch Heteroagglomeration im Magnetfeld ist daher nicht effizient möglich.



(a) Eisenpulver, nichtmagnetisiert



(b) Eisenpulver, magnetisiert

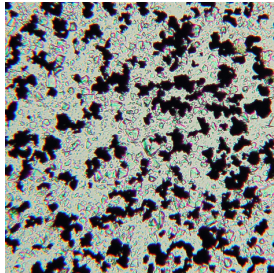
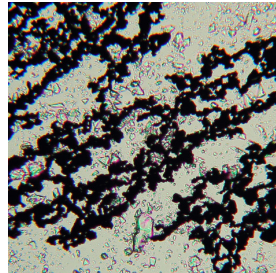
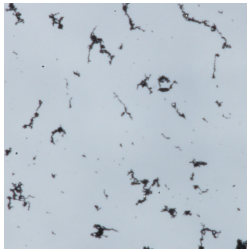
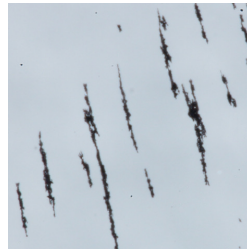
(c) SiO_2 und Eisenpulver, nichtmagnetisiert(d) SiO_2 und Eisenpulver, magnetisiert

Abb. 6.11 Makroskoptaufnahmen von Eisenpulver Hydac 300 und dem Gemisch mit SiO_2 im Ma.-Verhältnis 3:1.

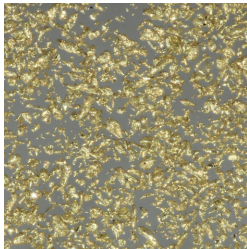
Die Makroskoptaufnahmen von Magnetit (Fe_3O_4 , Alroko M40 LST Fraktion $> 20 \mu\text{m}$), Messing, Molybdänsulfid, Quarzmehl und den drei Mischungen zeigen deren Verhalten außerhalb eines Magnetfelds und jeweils rechts, wenn ein Magnetfeld wirkt. Das Magnetit bildet im Magnetfeld ebenfalls Partikelketten aus. Es ist beobachtbar, dass sich nichtmagnetisierbare Partikel, die sich zwischen Magnetitteilchen befinden, eingeschlossen werden.



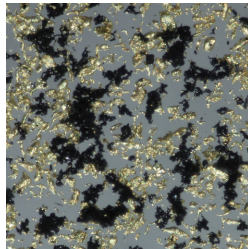
(a) Fe_3O_4 , nichtmagnetisiert



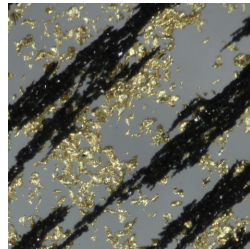
(b) Fe_3O_4 , magnetisiert



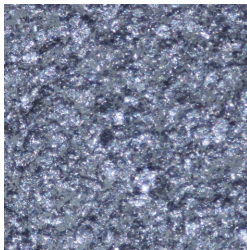
(c) CuZn



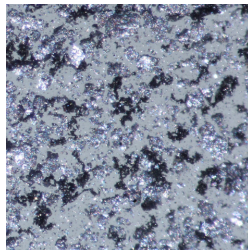
(d) CuZn und Fe_3O_4 im Ma-Verhältnis 3:1, nichtmagnetisiert



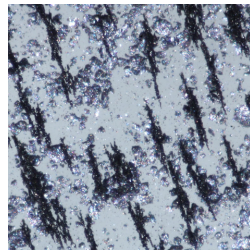
(e) CuZn und Fe_3O_4 im Ma-Verhältnis 3:1, magnetisiert



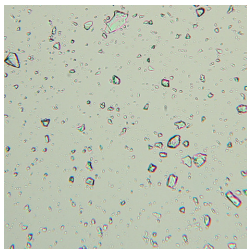
(f) MoS_2



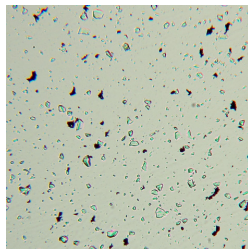
(g) MoS_2 und Fe_3O_4 im Ma-Verhältnis 3:1, nichtmagnetisiert



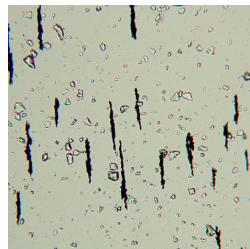
(h) MoS_2 und Fe_3O_4 im Ma-Verhältnis 3:1, magnetisiert



(i) SiO_2



(j) SiO_2 und Fe_3O_4 im Ma-Verhältnis 3:1, nichtmagnetisiert



(k) SiO_2 und Fe_3O_4 im Ma-Verhältnis 3:1, magnetisiert

Abb. 6.12 Makroskopieaufnahmen der Magnetit Alroko M40 LST, verschiedener nichtmagnetisierbarer Komponenten und der Gemische.

6.4.4 Zusammenfassung und Diskussion

Der Vergleich der Aufnahmen der Modellpartikel mit denen der Praxispartikel aus Windenergieanlagengetrieben WEA0–WEA3 in Abb. 6.10 ergibt, dass das Verhalten der Magnetitpartikel den Praxispartikeln am ähnlichsten kommt. Die einfache Mischung von Fe_3O_4 mit SiO_2 , MoS_2 oder CuZn ist jedoch nicht mit dem Bild der Praxispartikel vergleichbar. Das grundsätzlich unterschiedliche Verhalten und Aussehen der Modellpartikel im Vergleich zu den Praxispartikeln ist darauf zurückzuführen, dass die Praxispartikel starker Beanspruchung im Schmierspalt unterworfen sind. So kommt es dort zu Partikel-Partikel Kontakt und Bildung von Kompositpartikeln. Dies zeigen die REM-EDX Aufnahmen in Abb. 4.4. Man kann in den Bildern erkennen, dass beispielsweise ein Partikel auf einer Seite hauptsächlich aus Mo besteht und der andere Teil aus Ni, Cr und Fe zusammengesetzt ist. Zwar ist die Zielsetzung der Ölfiltration, erst gar keine Partikel in den Schmierspalt gelangen zu lassen, doch der vorliegende Fall zeigt, dies gelingt in der Praxis nicht. Ein Modellsystem, welches mit dem Verhalten der Praxispartikel besser übereinstimmt, müsste daher ebenfalls Kompositpartikel enthalten. Es wäre denkbar, dazu eine Mischung aus verschiedenen Partikeln vor dem Einsatz stark mechanisch, beispielsweise in einer Partikelmühle, zu beanspruchen.

Teil II

Auslegung und Optimierungsrechnung zylindrischer Permanentmagnete

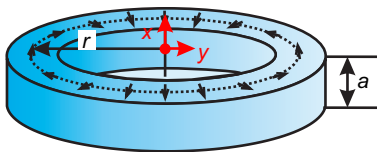
7 Transversaler dipolarer Permanentmagnet

Die Entwicklung des transversalen Permanentmagneten geht auf Mallinson [50] zurück. Er beschreibt ein ebenes Muster aus magnetisierbaren Bändern oder Platten, das einen einseitigen Magnetfluss auslöst. Diese Erscheinung tritt auf, wenn der Magnetisierungsvektor \mathbf{p}_m mit konstanter Amplitude $p_{m,0}$ rotiert.

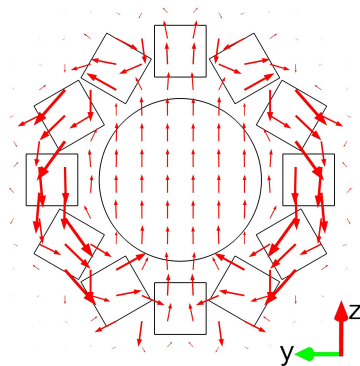
Der Einsatz einer kreisförmigen Verteilung von Magneten mit rotierendem Magnetisierungsvektor verstärkt den Effekt des einseitigen Flusses. Halbach [30] beschreibt als Erster die Konstruktion segmentierter vielpoliger Magnete aus Seltenen Erden und Kobalt. Die Anordnung ist daher als Halbach-Magnet bekannt. Es sind Anwendungen im Bereich NMR [82], drug targeting [29] und in elektrischen Maschinen bekannt [5].

7.1 Aufbau und analytische Berechnungsmethode

Hauptmerkmal ist, dass sich die Magnetmittelpunkte auf einem Kreis mit dem Radius r , wie in Abb. 7.1 dargestellt, befinden.



(a) Mandhala-Ring mit Definition der Magnetwürfel-seitenlänge a und dem Magnetmittelpunktradius r . Die Pfeile zeigen die Magnetisierungsrichtung jedes Magneten an.



(b) FEM Vektorenfeld der magnetischen Flussdichte [83]. Die Pfeilstärke korreliert proportional mit der magnetischen Flussdichte \mathbf{B} an der Pfeilspitze.

Abb. 7.1 Schematische Darstellung eines aus identischen Magneten bestehenden Mandhala-Rings. Der Ursprung des Koordinatensystems liegt im Zentrum des Rings.

Wenn man die Magnetisierungsrichtung um $720^\circ/n$ zwischen zwei benachbarten Magneten ändert, ergibt sich ein transversales dipolares Magnetfeld im Kreisinneren. Raich und Blümler [65] fertigen eine zweipolige Halbarch-Anordnung aus identischen Magnetblöcken (z. B. Würfel oder Polygone). Sie nennen ihren Aufbau „Mandhala“ (Magnetic Arrangement for Novel Discrete Halbarch Layout).

Das Mandhala hat praktische Anwendung in der Kernspintomographie gefunden, da es wirtschaftlicher und im Aufbau unkomplizierter ist als die Verwendung einzeln polarisierter Segmente einer Ringstruktur. Zunächst war die Anzahl der Magnete n als ein Vielfaches von acht festgelegt, später zeigten Soltner und Blümler [74], dass n auf eine durch vier teilbare Anzahl erweiterbar ist. Sie entwickelten zudem ein Verfahren, mit dem es möglich ist, durch eine spezielle Stapelung der Mandhala-Ringe das Magnetfeld zu verstärken und gleichzeitig dessen Homogenität zu optimieren. Windt u. a. [82] zeigten, dass es bei Halbarch-Magnetringen optimale Winkel gibt, bei denen sich der Ring leicht trennen, öffnen und schließen lässt. Sie bezeichneten diese Ausführung als „beweglichen Halbarch-Magneten“ oder NMR-CUFF = cut-open, uniform, force free (aufgeschnitten, gleichförmig, ohne Kraftanwendung). Die genannten Arbeiten sind der Ausgangspunkt für die vorliegende Arbeit.

7.1.1 Magnetflussdichte entlang der Zentrumsachse

Soltner und Blümler [74] zeigen, dass die Berechnung der Magnetflussdichte entlang der Magnetachse eines Magnetrings nach dem Dipolansatz (siehe Abschnitt 2.2.3) möglich ist:

$$B_z(x/r) = \frac{3n \left(\frac{a}{2r}\right)^3}{\pi \left(1 + \left(\frac{x}{r}\right)^2\right)^{5/2}} B_r. \quad (7.1)$$

Um das Verhältnis a/r in Abhängigkeit von n zu beschreiben, haben Raich und Blümler [65] mit Hilfe einer geometrischen Betrachtung (siehe Anhang A.2) eine Hilfsfunktion $\Xi(n)$ für $n = 8 + k \cdot 8$ ($k \in \mathbb{N}^0$, wobei $\mathbb{N}^0 = 0, 1, 2, \dots$) entwickelt. Das Ergebnis lautet

$$a/r = 2\Xi \quad (7.2)$$

mit

$$\Xi(n = \{8, 16, 24, \dots\}) = \frac{\cos\left(\frac{2\pi}{n}\right) - \sin\left(\frac{2\pi}{n}\right) - \sqrt{2} \sin\left(\frac{\pi}{4} - \frac{4\pi}{n}\right)}{2 \cos\left(\frac{\pi}{4} - \frac{4\pi}{n}\right) + \sqrt{2}}. \quad (7.3)$$

Ersetzt man das Verhältnis $a/2r$ in Gl. 7.1 mit Ξ , so erkennt man, dass die magnetische Flussdichte im Zentrum (d. h. $x = 0$) lediglich von der Anzahl der Magneten innerhalb eines Ringes n und der Remanenz B_r abhängt. Die Formel erlaubt demnach eine dimensionslose Beschreibung entlang der Magnetachse und ist für die Dimensionierung geeignet. Es gilt, je größer die Anzahl der Magnete pro Ring n , umso niedriger ist das erzeugte Feld.

7.1.2 Weiterentwicklung der analytischen Berechnungsmethode

Die bisherigen Arbeiten [65, 74] berücksichtigen nicht, dass sich die Magnete aufgrund des Platzbedarfs des Einsetzrahmens nicht berühren. Eine Abhilfe ist die Verwendung einer reduzierten Seitenlänge

$$a^* = \nu a \quad (7.4)$$

mit dem Reduzierfaktor ν ($0 < \nu \leq 1$).

Die Verwendung der Hilfsfunktion aus Gl. 7.3 für $n = 12 + k \cdot 8$ Magnete innerhalb eines Rings verursacht eine Überlappung der Magnete und kann daher nicht verwendet werden. Der Vergleich der Anordnung der Magnete für $n = 8 + k \cdot 8$ und $n = 12 + k \cdot 8$ im Anhang A.2 erläutert den Unterschied. Hier soll nun lediglich die Herleitung der neuen Hilfsfunktion dargestellt werden.

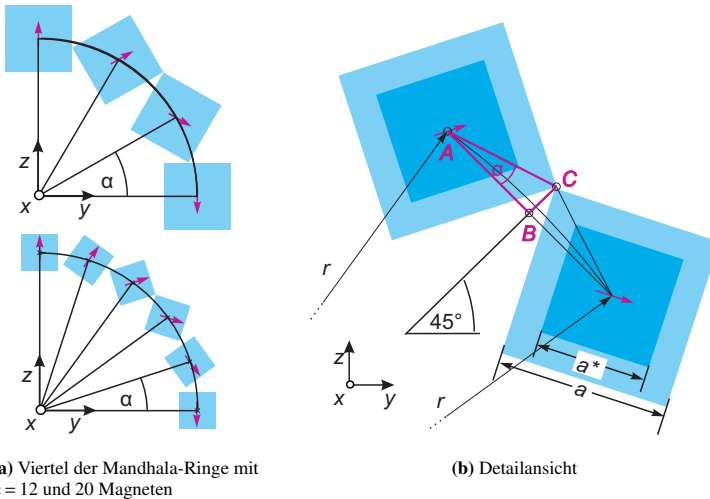


Abb. 7.2 Schematische Darstellung der Magnetkoordinaten in Mandhala-Ringen aus $n = 12 + k \cdot 8$ Würfeln. Die Pfeile zeigen die Magnetisierungsrichtung. Definition des Koordinatensystems und der verwendeten Symbole.

Als Ausgangspunkt zur Entwicklung einer Hilfsfunktion Ξ , die für $n = 12 + k \cdot 8$ gilt, dient die Betrachtung der Magnetanordnung. In Abb. 7.2a ist sie exemplarisch für einen Viertelkreis und für $n = 12$ und 20 Magnete pro Ring dargestellt. Der Winkel α zwischen zwei Magnetzentren ist $2\pi/n$. Die zwei Magnete, die den Winkel $45^\circ + l \cdot 90^\circ$ ($l = 0, 1, 2, 3$) jeweils umschließen, besitzen die maximale Ausdehnung entlang des Kreisumfangs mit dem Radius r . Ihr Kantenabstand ist daher am geringsten bzw. sie berühren sich, falls die

maximale Seitenlänge a Anwendung findet.

Die zwei nebeneinander liegenden Magnete, die die maximale Ausdehnung entlang des Kreisumfangs haben, sind in Abb. 7.2b im Detail dargestellt. Die maximale Seitenlänge a , die reduzierte Seitenlänge a^* und die Hilfsfunktion Ξ sind durch die folgenden geometrischen Beziehungen bestimmbar: Zunächst gilt für die Länge \overline{AB} innerhalb des Dreiecks Δ UrsprungAB

$$\overline{AB} = r \sin \alpha / 2. \quad (7.5)$$

Die zweite Beziehung ist der Abstand zwischen Punkt A und B innerhalb der Verbindung Δ ABC. Er ist

$$\overline{AB} = \overline{AC} \cos \alpha. \quad (7.6)$$

Als drittes gilt

$$\overline{AC} = \frac{a}{\sqrt{2}} = \frac{a^*}{v \cdot \sqrt{2}}. \quad (7.7)$$

Setzt man Gl. 7.5 und Gl. 7.7 in Gl. 7.6 ein und löst nach a^* auf, ergibt sich

$$a^* = 2r \cdot \frac{v \sqrt{2} \sin(\pi/n)}{2 - 4 \sin^2(\pi/n)}. \quad (7.8)$$

Schließlich kann man die Hilfsfunktion nun allgemein schreiben

$$\Xi(n, v) = \begin{cases} \frac{v \cdot \left\{ \cos\left(\frac{2\pi}{n}\right) - \sin\left(\frac{2\pi}{n}\right) - \sqrt{2} \sin\left(\frac{\pi}{4} - \frac{4\pi}{n}\right) \right\}}{2 \cos\left(\frac{\pi}{4} - \frac{4\pi}{n}\right) + \sqrt{2}}, & \text{wenn } n = 8 + k \cdot 8 \text{ und } k \in \mathbb{N}^0, \\ \frac{v \sqrt{2} \sin(\pi/n)}{2 - 4 \sin^2(\pi/n)}, & \text{wenn } n = 12 + k \cdot 8 \text{ und } k \in \mathbb{N}^0. \end{cases} \quad (7.9)$$

7.1.3 Verstärkung des Magnetfelds

Die Berechnung der Magnetflussdichte eines einzelnen Mandhala-Rings mit $n \geq 12$ und Magnetremanenz $B_r = 1,4 \text{ T}$ nach Gl. 7.1 ergibt, dass das Magnetfeld im Zentrum lediglich $0,15 \text{ T}$ erreicht. Bei $n = 8$ ist die Flussdichte höher, doch ein Scale-up ist aufgrund der erforderliche Abmaße der Magnete nicht realisierbar und wegen der benötigten Menge an Magnetwerkstoff sehr teuer.

Zur Verstärkung des Magnetfeldes in der Mitte des Mandhala-Magneten muss die Magnetwerkstoffdichte erhöht werden. Dazu sind stabförmige Magnetblöcke verwendbar. Die maximale Höhe eines solchen stabförmigen Magneten ist allerdings begrenzt: einerseits durch die Einschränkungen bei der Magnetfertigung und andererseits durch die ungeheuren

Kräfte, die sich bei der Montage des Magnettrings entwickeln würden. Diese Kräfte sind viel einfacher beherrschbar, wenn man die Anordnung in mehrere übereinander gestapelte Ringe mit beschränkter Höhe unterteilt. Die Magnetanordnung ist schematisch in Abb. 7.3 dargestellt.

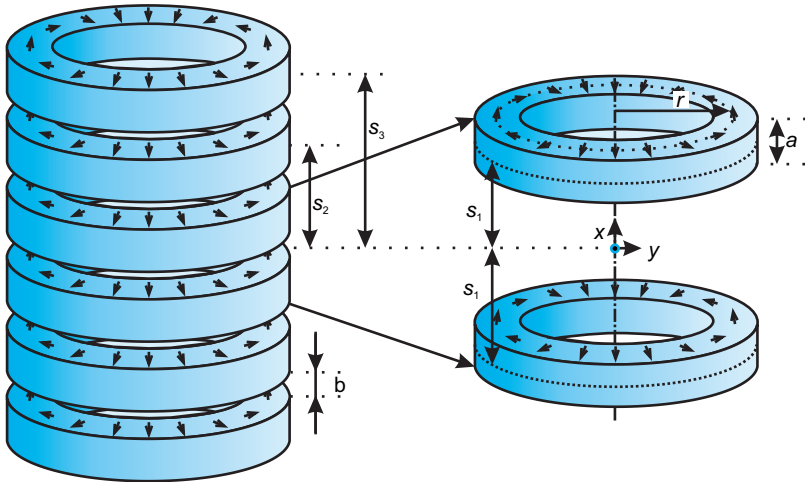


Abb. 7.3 Schematische Darstellung eines Mandhala-Magneten mit sechs Ringen aus jeweils 16 Magnetwürfeln. Jeder Pfeil steht für einen Dipol, der im Zentrum eines Magnetwürfels liegt. Definition der Verschiebung in x -Richtung s_1 , s_2 und s_3 und des Abstandes b zwischen den Magnettringen.

Jeder Pfeil steht für einen Dipol, der im Zentrum eines Magnetwürfels liegt. Durch diese Anordnung entsteht eine Abstoßungskraft in x -Richtung zwischen den Ringen, die sich mit abnehmendem Abstand b verstärkt. Die Abbildung definiert die Verschiebung s_i mit $i = 1, 2, 3, \dots$ als den Abstand zwischen dem Ursprung des Koordinatensystems ($x = 0$) und dem Mittelpunktkreis des jeweiligen Magnettrings in positiver bzw. in negativer x -Richtung. Die Magnetflussdichte B verläuft definitionsgemäß parallel zur z -Achse, die aus der Zeichnungsebene hinausweist.

Die Gl. 7.1 ist in eine allgemeine Form der Magnetflussdichte für einen Stapel, der aus m Mandhala-Ringen besteht, überführbar. Man schreibt

$$B_{z,m}(x/r) = 3/\pi \cdot n \cdot (\Xi(n))^3 \cdot f(x/r) \cdot B_r \quad (7.10)$$

mit

$$f(x/r) = \sum_{i=1}^{m/2} \{ [1 + ((x - s_i)/r)^2]^{-5/2} + [1 + ((x + s_i)/r)^2]^{-5/2} \} \quad (7.11)$$

und $m = 2, 4, 6, \dots$

Die normierte Verschiebung in x -Richtung s_i/r beeinflusst die Stärke der Magnetflussdichte, deren Verteilung und damit auch deren Homogenität. Für NMR-Anwendungen ist ein äußerst homogenes Feld erforderlich (≈ 10 ppm oder besser). Das bedeutet, dass optimale normierte Verschiebungen in x -Richtung s_i/r identifiziert werden müssen, damit die Homogenität von $B_{z,m}$ auf der x -Achse sichergestellt ist. Die erforderliche Homogenität ist durch Festlegung der maximalen relativen Varianz $\Delta B_{z,m}/B_{z,m}(x/r = 0)$ erreichbar [74]. Die Lösung für ein optimales s_1/r Verhältnis für den Fall $m = 2$ lässt sich analytisch oder graphisch ermitteln; für $m > 2$ lösen Soltner und Blümler [74] das Problem numerisch. Hauptziel ihrer Arbeit war es, ein Höchstmaß an Homogenität zu erreichen und damit den Mandhala-Magneten für NMR verwenden zu können. Die HGMS-Technik benötigt lediglich ein möglichst hohes $B_{z,m}$ -Feld innerhalb des Volumens der Trennzelle; eine gleichzeitig ausgeprägte Homogenität ist weniger wichtig. Eine Verkürzung des Abstandes b zwischen den Magnetringen bedeutet, dass die maximale relative Varianz von $\Delta B_{z,m}/B_{z,m}(x/r = 0)$ und damit die Inhomogenität zunimmt, gleichzeitig führt dies jedoch auch zu einer höheren Magnetflussdichte im Zentrum bei $x/r = 0$.

In dieser Arbeit sind die Ringe mit gleichem Abstand übereinander gestapelt, da der Aufbau einfach und kompakt ist. Die normierte Verschiebung in x -Richtung s_i/r für eine Anordnung mit gleichen Abständen ist

$$s_i/r = 0,5\gamma + 0,5a/r + (i - 1)(\gamma + a/r). \quad (7.12)$$

Für die Laufvariable und den Index i gilt $i = 1, 2, 3, \dots, m/2$ und der relative Abstand zwischen den Ringen ist $\gamma = b/r$. Der Abstand zwischen den Mandhala-Ringen b ist in Abb. 7.3 dargestellt. Der Wert von γ beeinflusst den Kurvenverlauf der Magnetflussdichte in Abhängigkeit von der relativen axialen Koordinate x/r . Da jeder Magnetring einen magnetischen Flussdichteverlauf entlang der z -Achse erzeugt, der einer Voigt Kurvenfunktion (ähnlich einer Gaussfunktion) entspricht, erhält man durch die Stapelung der Ringe die Überlagerung (Superposition) dieser Kurvenverläufe. Um sicherzustellen, dass die Maxima der Kurven eng genug beieinander liegen und dadurch keine Schwankungen der Kurve auftreten, dürfen die Ringe nicht zu weit voneinander entfernt positioniert werden. Dies erreicht man, indem γ im Bereich von $0 \leq \gamma \leq 0,1$ festlegt. Die Seitenlänge des Magnetwürfels a ist nach [74] als $a/r = 2 \cdot \Xi(n)$ definiert. Damit lässt sich die Gl. 7.12 als Funktion von n und γ folgendermaßen schreiben:

$$s_i/r = 0,5\gamma + \Xi(n) + (i - 1)(\gamma + 2\Xi(n)). \quad (7.13)$$

Die Magnetflussdichteverteilung entlang der x -Achse lässt sich nach Gl. 7.10 mit verschiedenen Werten x/r für jede Kombination von m und n berechnen. Abbildung 7.4 zeigt beispielhaft die Kurven der Magnetflussdichte $B_{z,m}$ für eine Anordnung mit $n = 12$ Magneten und Stapelung in gleichen Abständen ($\gamma = 3,4 \text{ E-}2$) in Abhängigkeit von der relativen Achsenkoordinate x/r . Die Magnetflussdichte steigt mit zunehmendem m : von $m = 1$ nimmt sie um den Faktor 2,8 bis auf $m = 10$ zu. Die Einführung weiterer Ringe, z. B. $m = 12$, verbreitert das maximale Plateau der Magnetflussdichte.

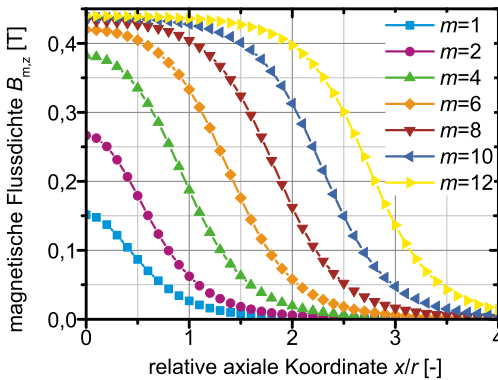


Abb. 7.4 Berechnete Magnetflussdichteverteilung für ein Mandhala mit $n = 12$ und Stapelung in gleichen Abständen mit $\gamma = 3,4 \text{ E-}2$.

Die dimensionslose Beschreibung der magnetischen Flussdichte innerhalb eines Mandhala-Magneten ist ein nützliches Werkzeug bei der Auslegung des Magneten für hohe Durchsätze. Basierend auf ihr ist es nun einfach möglich, Optimierungsrechnungen zur Einsparung von Material und damit Kosten durchzuführen. Der nächste Abschnitt zeigt eine solche Optimierung und stellt weitere wichtige Einflussparameter für die Dimensionierung vor.

7.2 Scale-up: Kosten und Dimensionierung

Zur Hochskalierung des Mandhala-Rings mit n Magnete pro Ring vergrößert man den Radius r . Solange der Reduzierfaktor $\nu = a/a^*$ und die Magnetremanenz B_r gleich bleibt, ist gewährleistet, dass die erzeugte Magnetflussdichte im Zentrum unverändert ist. Die Investitionskosten des Mandhala-Magneten sind maßgeblich von den Kosten des Magnetmaterials (z. B. NdFeB) bestimmt. Aus diesem Grund empfiehlt sich die Optimierung. Zunächst definiert man das Verhältnis des Magnetwerkstoffvolumens V_M zum Magnetinnenvolumen V_i . Es muss möglichst niedrig sein. Das Verhältnis lautet

$$V_M/V_i = \frac{a^3 \cdot m \cdot n}{r_i^2 \pi h_x} = \frac{(2\xi)^3 m \cdot n}{r_i^2 / r^2 \pi h_x / r}. \quad (7.14)$$

Den relativen Innenradius der Bohrung r_i/r definiert Raich und Blümler [65] als

$$r_i/r = 1 - \sqrt{2} \cdot \Xi(n). \quad (7.15)$$

Die relative axiale Höhe des Magneten h_x/r ist

$$h_x/r = 2 \cdot s_{m/2}/r + a/r = 2 \cdot (s_{m/2}/r + \Xi(n)). \quad (7.16)$$

Setzt man Gl. 7.15 und 7.16 in Gl. 7.14 ein, ist erkennbar, dass das Verhältnis V_M/V_i eine Funktion der Magnetanzahl innerhalb eines Rings n , der Anzahl der Ringe m und des relativen Abstands γ ist.

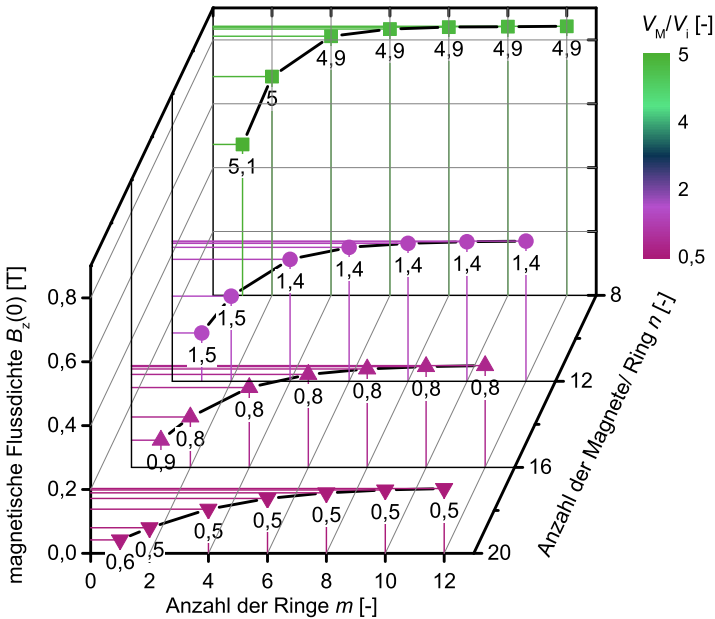


Abb. 7.5 Ideale erreichbare Magnetflussdichte B_z bei $x/r=0$ für eine Stapelung in gleichen Abständen mit $\gamma=3.4E-2$ in Abhängigkeit von der Anzahl der Magnete/Ring n und der Anzahl der Magnetringe m . Die Farben und Zahlen unterhalb der Datenpunkte geben das Verhältnis von V_M/V_i an.

Abbildung 7.5 zeigt die Berechnung von V_M/V_i und von der maximalen Magnetflussdichte B_z im Zentrum der Magnetanordnung ($x/r=0$, $\nu=1$) nach Gl. 7.10 für eine Stapelung in gleichen Abständen mit $\gamma=3,4E-2$. Die Magnetremanenz B_r beträgt 1,4 T. Sie zeigt, dass die im Idealfall erreichbare Magnetflussdichte B_z mit steigender Anzahl der Magnete/Ring n abnimmt und mit wachsender Anzahl der Mandhala-Ringe m ansteigt. Das Verhältnis V_M/V_i ist am höchsten für $m=12$, $n=8$ und am niedrigsten für $m=1$, $n=20$. Die den Datenpunkten zugeordnete Zahl und Farbgebung gibt den Wert des Verhältnisses V_M/V_i wieder.

Die Dimensionierung des Mandhala-Magneten setzt die Kenntnis des gewünschten Prozessdurchsatzes \dot{V} und die zur Trennung der Magnetpartikel notwendige magnetische Flussdichte B_z innerhalb der Filterlänge l_x sowie die maximale Strömungsgeschwindigkeit $v_{0,max}$ voraus. Die Parameter sind durch Laborversuche oder durch Berechnung bestimmbar.

Die benötigte Gesamtfilterfläche $A_u(r_i)$ ist

$$A_u(r_i) = \frac{\dot{V}}{v_{0,\max}} \quad (7.17)$$

und hängt außerdem quadratisch vom nutzbaren (Innen-) Radius r_i des Mandhala-Magneten ab. Durch Parallelisierung mit n_H Magneten erreicht man eine Gesamtfilterfläche von

$$A_t = \pi r_i^2 \cdot n_H. \quad (7.18)$$

Die Magnetmasse M

$$M = \rho \cdot a^3 \cdot m \cdot n \cdot n_H \quad (7.19)$$

mit der Dichte ρ des Magnetwerkstoffs (hier NdFeB: 7,52 g/cm³) ist die Zielfunktion der Optimierung. Man legt die nicht-linearen Mindestanforderungen in Form des Zweikomponentenvektor $\mathbf{c} = (c_1, c_2)$ fest. Die erste Bedingung c_1 ist die erforderliche Magnetflussdichte $B_{z,m}(l_x/2)$ am Eingang und Ausgang des Filters $x = \pm(l_x/2)$, und als zweite Bedingung c_2 ist die Gesamtfilterfläche A_t festgelegt. Zusammengefasst lautet der Anforderungsvektor

$$\begin{aligned} B_{z,m}(l_x/2) &= 3/\pi \cdot n \cdot (\Xi(n))^3 \cdot f(l_x/2) \cdot B_r && \geq c_1, \\ A_t &= \pi \cdot (1 - \sqrt{2} \cdot \Xi(n))^2 r^2 \cdot n_H && \geq c_2. \end{aligned}$$

Die Grenzen der diskreten Variablen (x_1, x_2, x_3, x_4) und der kontinuierlichen Variablen (x_5, x_6, x_7) sind in Tabelle 7.1 definiert. Die Parametergrenzen der Magnetseitenlänge a sowie die Magnetremanenz B_r sind aufgrund marktüblicher Vorgaben gewählt. Die Festlegung der geeigneten Grenzen aller anderen Parameter erfolgt anwendungsspezifisch.

Tabelle 7.1 Vorgegebene Grenzen der diskreten und kontinuierlichen Optimierungsvariablen.

Magnetseitenlänge:	$2 \text{ mm} \leq x_1 = a \leq 60 \text{ mm}$	$a \in \mathbb{N}$
Anzahl Magnet/Ring:	$8 \leq x_2 = n \leq 24$	$n \in \{8; \dots x_{3,i-1} + 4\}$
Anzahl Ringe:	$x_3 = m \geq 2$	$m \in \{2; \dots x_{4,i-1} + 2\}$
Anzahl Mandhala-Magnete:	$1 \leq x_4 = n_H \leq 24$	$n_H \in \mathbb{N}$
rel. Abstand zwischen Ringen:	$0 \leq x_5 = \gamma \leq 0,1$	
Magnetremanenz:	$x_6 = B_r = 1,4 \text{ T}$	
Filterlänge:	$x_7 = l_x \geq 160 \text{ mm}$	

Das numerische Optimierungsprogramm verwendet den genetischen Algorithmus (ga) von MATLAB, da er sich für die Behandlung von diskreten ganzzahligen Variablen eignet. x_2 und x_3 müssen in ganze Zahlen umgewandelt werden (Division durch 5 bzw. 2), damit sie mit Hilfe des Algorithmus lösbar sind. Im Anhang A.3 befindet sich der MATLAB-Code der Optimierung.

Das Ergebnis der Optimierung der Magnetmasse ist in der Tabelle 7.2 dargestellt. Sie zeigt beispielhaft die Auswirkung einer Vergrößerung der Filterfläche A_t auf die Gesamt magnetmasse M und die geometrischen Parameter a , n , m sowie γ .

A_t [cm ²]	M [kg]	a [mm]	n [-]	m [-]	n_H [-]	γ [-]
einzelner Mandhala-Magnet $n_H = 1$						
31	6,2	19	12	10	1	0,09
54	11,3	25	12	8	1	0,09
106	23,2	35	12	6	1	0,04
205	51,9	33	16	12	1	1E-4
301	92,4	40	16	12	1	5E-3
548	189,5	54	16	10	1	5E-6
mehrere Mandhala-Magnete $1 \leq n_H \leq 24$						
102	17,8	14	12	12	6	0,07
203	35,7	14	12	12	12	0,09
305	53,5	14	12	12	18	0,06
504	94,7	18	12	10	18	0,03
1046	209	24	12	8	21	0,08

Tabelle 7.2 Ergebnisse der Optimierung der Magnetmasse. Berechnung für den Fall eines einzelnen Mandhala-Magneten $n_H = 1$ und für mehrere Mandhala-Magnete $1 \leq n_H \leq 24$. Die Optimierung soll erreichen, dass die Magnetflussdichte $B_{z,m}(l_x/2) \geq 0,34$ T beträgt. Die Randbedingungen sind in Tabelle 7.1 zusammengestellt.

Für einen Mandhala-Magneten $n_H = 1$ mit steigender Gesamtfilterfläche A_t von 31 bis 548 cm² nimmt die Magnetmasse M von 6,2 auf 189,5 kg zu. Durch Parallelanordnung des Mandhala-Magneten ist die Magnetmasse signifikant reduzierbar; mit größer werdender Fläche beträgt die Reduktion bei 100 cm² zunächst 23 % und steigt auf 50 % bei 500 cm² an. Ein weiterer Vorteil der Parallelisierung ist, dass kleinere Magnetwürfel verwendbar sind, die aufgrund der geringeren auftretenden Kräfte den Zusammenbau erheblich vereinfachen. Gleichzeitig berücksichtigt die Optimierungsrechnung jedoch nicht den Aufwand und die Kosten, die bei der Anfertigung und dem Zusammenbau von n_H Magneten entstehen. Dies ist im Einzelfall zusätzlich zu untersuchen und ggf. in die Optimierung einzubeziehen.

7.3 Bau, Messung und Vergleich mit dem C-förmigen Permanentmagneten

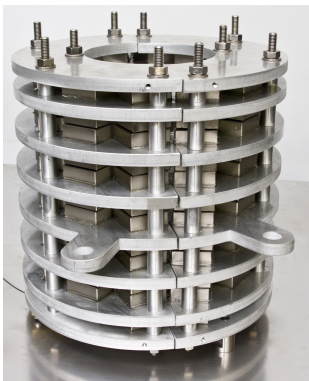
Der Mandhala-Magnet dient der Magnetfelderzeugung im Pilot-HGMS Filter (siehe Abschnitt 9.1). Die Abmessungen und das erzeugte Magnetfeld sind Ergebnisse der Optimierung der Magnetmasse im vorangegangenen Abschnitt. Die Mindestanforderungen an das

erzeugte Magnetfeld entlang der Magnetachse ist $B_{z,m}(l_x/2) \geq 0,34 \text{ T}$. Die Filterlänge l_x soll mindestens 160 mm betragen.

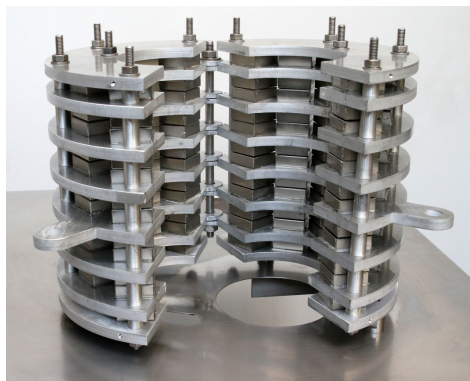
7.3.1 Bau des Mandhala-Magneten

Der Aufbau des Mandhala-Magneten besteht aus sechs Ringen mit jeweils zwölf Magnetwürfeln der Seitenlänge 35 mm. Zur Einfassung der Magnete innerhalb eines Rings dienen Aluminiumhalbscheiben mit je sechs quadratischen Aussparungen. Die Scheiben besitzen eine Höhe von 10 mm und die minimale Wanddicke beträgt 2 mm. Dadurch liegen die Zentren der Magnete auf einem Kreis mit dem Radius $r = 87,2 \text{ mm}$ und es ergibt sich ein Reduktionsfaktor ν von 0,95.

Der Magnet lässt sich einfach mittels Handkraft öffnen und schließen. Der fertiggestellte Mandhala-Magnet ist in Abb. 7.6a in geschlossener und in Abb. 7.6b in geöffneter Position abgebildet.



(a) geschlossener Mandhala-Magnet



(b) geöffneter Mandhala-Magnet

Abb. 7.6 Beweglicher Mandhala-Magnet mit Magnetwürfeln aus NdFeB der Ausführung N48 und einer Seitenlänge von $a = 35 \text{ mm}$. Die Anzahl der Magnete/Ring ist $n = 12$ und die Anzahl der Mandhala-Ringe ist $m = 6$.

Die Bestückung der Ringhalbscheibe erfolgt zunächst mit drei der sechs Magnetblöcke, wobei jeweils zwischen zwei Magnetwürfeln ein Platz frei bleibt. Auf diese Weise sind die Kräfte zwischen den Magneten einfach beherrschbar. Zur Fixierung der Permanentmagnete eignet sich das Kleben. Zunächst verwendet man einen schnell trocknenden Zweikomponentenkleber, der dazu dient, die Aussparung von einer Seite abzudichten und die Magnete vorzufixieren. Nach 30 Minuten dreht man die Scheiben um und bringt einen Kleber mit niedriger Viskosität auf. Er fließt gut in die Spalten der Einsparung und trocknet über Nacht. Durch diesen Klebstoff sind die Magnete fest mit dem Rahmen verbunden. Anschließend

findet die Positionierung und Klebung der Magnete in den Zwischenplätzen statt. Aufgrund der Nähe der umgebenden Magnetblöcke sind hohe Abstoßungs- und Anziehungskräfte zu beachten. Man verwendet daher zur Einbringung der Magnete eine Teflonform und verhindert dadurch die Berührung der Magnete. Die Magnete bei 150° , 210° und 330° müssen von Hand mit Hilfe eines Holzkolbens in die jeweilige Aussparung gepresst werden. Die Magnete an den Positionen 90° und 270° erfahren eine anziehende Kraft beim Einsetzen. Die abstoßende Kraft zwischen den montierten Ringen in axiale Richtung nehmen die Abschlusscheiben unten und oben auf. Sie sind durch Gewindestangen zusammengehalten. Eine Achse verbindet die beiden Halbschalen und dient als Scharnier.

7.3.2 Feldmessung und Vergleich mit dem Dipolansatz

Zur Validierung des Dipolansatzes dient der Vergleich mit der Magnetfeldmessung. Diese erfolgte mit einem Gauss-/ Teslameter vom Typ FH 51 der Firma Magnet-Physik Dr. Steingroever GmbH. Das Gerät besitzt drei Messbereiche: 20 mT, 200 mT und 2 T mit maximaler Auflösung von 0,01 mT im sensitivsten Bereich. Die Grundgenauigkeit beträgt DC: $\pm 2\%$ (mit der Standard-Hall-Sonde) und AC: $\pm 5\%$ (Herstellangaben). Die Magnetflussdichte des Mandhala-Magneten ist in Abb. 7.7 dargestellt.

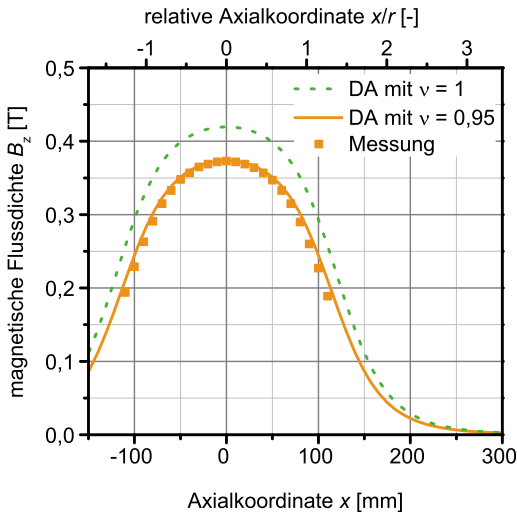


Abb. 7.7 Vergleich der Magnetflussdichte B_z des gebauten Mandhala-Magneten: Messung und Berechnung nach dem Dipolansatz (DA) mit korrigierter Hilfsfunktion Ξ und mit Berücksichtigung des Reduktionsfaktors v .

Das Feld in x - und y -Richtung ist, wie zu erwarten, vernachlässigbar und daher hier nicht gezeigt. Die magnetische Flussdichte in z -Richtung beträgt 0,37 T im Zentrum und fällt nicht unter 0,27 T innerhalb der Filterlänge von 160 mm (d. h. im Bereich $-80 \text{ mm} < x < 80 \text{ mm}$). Die Gl. 7.10 mit den Gleichungen 7.9, 7.11 und 7.13 ermöglicht es, die magnetische

Flussdichte B_z entlang der Achse x bzw. x/r zu berechnen.

Vernachlässigt man den Einfluss der Mindestwanddicke des Aluminiumträgers zwischen zwei Magneten, d. h. $\nu = 1$, ist die berechnete Magnetflussdichte im Zentrum des Magneten um 12 % erhöht. Durch die zusätzliche Berücksichtigung des Reduktionsfaktors $\nu = 0,95$ neben der Hilfsfunktion Ξ für $n = 12 + k \cdot 8$ zeigt sich, dass die berechnete und die gemessene Kurve sehr gut übereinstimmen. Die Dipolannäherungsmethode eignet sich daher für die Berechnung von Mandhala-Magneten.

7.3.3 Vergleich des Mandhala-Magneten mit dem C-förmigen Permanentmagneten

Zu Vergleichszwecken des beweglichen Mandhala-Magneten mit dem C-förmigen Permanentmagneten sind in Tabelle 7.3 die Abmessungen, das Gewicht und die Magnetflussdichte der beiden Magnete gegenübergestellt.

Parameter	Einheit	C-förmiger Magnet	Mandhala Magnet
h_x	[mm]	250	280
$d^{\text{⊙}}/l^{\text{⊙}}$	[mm]	260 [⊙]	300 [⊙]
w	[mm]	339	-
A_u	[cm ²]	85	113
l_x	[mm]	210	215
M	[kg]	36	23
M_{total}	[kg]	120	27
B_{max}	[T]	0,43	0,37

Tabelle 7.3 Vergleich der Magnete: axiale Höhe h_x , Durchmesser d oder Länge l und Breite w , benutzbare Fläche A_u und Länge l_x , NdFeB Gewicht M , Gesamtgewicht M_{total} und magnetische Flussdichte im Zentrum B des c-förmigen Permanentmagneten und des neu gebauten Mandhala Magneten mit 35 mm Würfelmagneten ($n = 12, m = 6$).

Die Daten in der Tabelle 7.3 zeigen, dass das Nutzvolumen des beweglichen Mandhala-Magneten größer ist als das des konventionellen Magneten. Die Aufstellfläche ($\pi \cdot h_x d^2 / 4$) ist etwas kleiner als die des C-förmigen Magneten ($h_x \cdot l \cdot w$). Die zum Bau des Mandhala-Magneten erforderliche Magnetwerkstoffmenge ist 23 kg und liegt damit um 13 kg niedriger als die des C-förmigen Magneten. Das Gesamtgewicht des Mandhala-Magneten beträgt 27 kg, also erheblich weniger als das des C-förmigen Magneten (120 kg).

Abbildung 7.8 zeigt den Magnetflussdichtevergleich zwischen C-förmigem und Mandhala-Magneten. Der Hufeisenmagnet besitzt im Zentrum eine magnetische Flussdichte von 0,42 T, die über eine Länge von ± 90 mm konstant ist und anschließend auf null bei ± 250 mm abfällt. Die Form der Kurve beider Magneten ähneln sich. Insgesamt zeigt der Mandhala-Magnet allerdings eine niedrigere Magnetflussdichte im Zentrum von 0,37 T, von hier fällt der Wert erst langsam bis ± 65 mm und schließlich steiler auf null bei 250 mm ab.

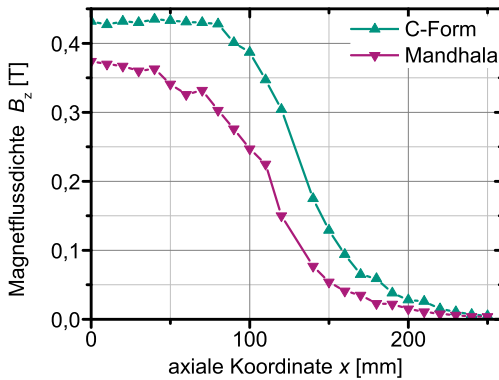


Abb. 7.8 Vergleich der transversalen Magnetflussdichte B_z des Mandhala-Magneten und des C-förmigen Permanentmagneten entlang der x -Achse ($z = y = 0$ mm).

7.4 Zusammenfassung

Mit der entwickelten analytischen Methode ist es möglich, die Magnetflussdichte entlang der Bohrungsachse eines Mandhala-Magneten zu berechnen. Ein Optimierungsprogramm mit dem genetischen Algorithmus (ga) von MATLAB unterstützt die Auslegung und die großtechnische Ausführung des Mandhala-Magneten zur Anwendung in der HGMS. Dadurch lässt sich die erforderliche Magnetmaterialmenge im Rahmen der für die betreffende Anwendung vorgegebenen Mindestgrenzen von Magnetflussdichte und Filteranströmfläche minimieren. Der in dieser Untersuchung gebaute Mandhala-Magnet erzeugt eine Flussdichte von 0,37 T in der Mitte und bietet einen Bereich von 160 mm innerhalb der axialen Bohrung, in dem die Magnetflussdichte nicht unter einen Wert von 0,2 T absinkt.

Der gebaute Mandhala-Magnet ist kostengünstiger, kompakter und leichter als der C-förmige Permanentmagnet. Die Mandhala-Anordnung weist einige sehr günstige Eigenschaften auf, die ihren Einsatz zur magnetischen Abtrennung im großtechnischen Maßstab begünstigen. Erstens erfordert sie kein Eisenjoch, sodass der Magnet leicht ist. Zweitens ist das Streufeld nach außen eng begrenzt. Hierdurch ist es möglich, andere Geräte auch in unmittelbarer Nachbarschaft zum Magneten aufzustellen, ohne Abschirmmaßnahmen treffen zu müssen. Das Mandhala-Konzept mit einer beweglichen Ausführung ermöglicht leichten Einbau und gute Zugänglichkeit der Filterzelle.

8 Longitudinaler dipolarer Permanentmagnet

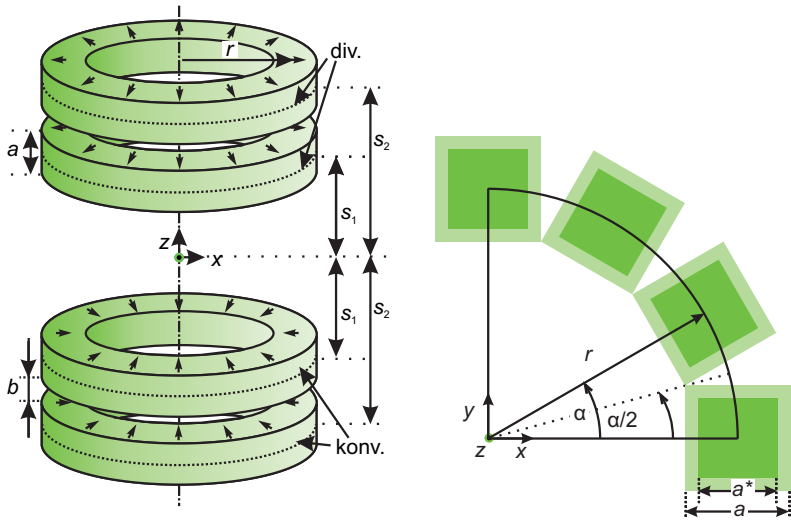
Die magnetisch-verstärkte Zentrifugation und die magnetische Kuchenfiltration benötigen ein longitudinales Magnetfeld aufgrund der Apparategestaltung und der zuvor festgelegten Strömungsrichtung [20, 47]. Aus diesem Grund verwenden diese Verfahren bisher einen Elektromagneten, der schwer ist und hohe Stromkosten verursacht. Der kontinuierliche Betrieb ist nur möglich, wenn der Magnet effizient durch Wasser oder Luft gekühlt ist. Die Anwendung supraleitender Magnete, insbesondere sogenannter Cyrogen-freier oder Hoch-Temperatur Supraleiter (HTS), ist nur sinnvoll, wenn die Abtrennaufgabe darin besteht, sehr kleine paramagnetische Partikel abzutrennen. Auch wenn HTS gegenüber klassischen Elektromagneten geringere Betriebskosten besitzen und sie weitaus höhere Magnetflussdichten als diese erzeugen können [72], so sind doch ihre Anschaffungskosten sehr hoch [12]. Eine vielversprechende Alternative stellt ein zylindrischer Permanentmagnet mit longitudinalem Feld dar.

Über die erste Entwicklung eines skalierbaren Magneten mit longitudinalem Feld berichten Veith und Meyerer [80]. Sie meldeten 1959 ein Patent über die Anordnung diskreter Magnete an, die sich zur Bündelung von Elektronenstrahlen eignet. Doch da es zu dieser Zeit noch kein magnetisches Material mit einem genügend hohen Energieprodukt gab, dauerte die technische Entwicklung bis 1991, als Aubert [4] die longitudinale Magnetfeldanordnung für die NMR (nuclear magnetic resonance) anwendete. Zuletzt haben Hugon u. a. [36, 37] die Aubert-Anordnung hinsichtlich der Magnetfeldhomogenität verbessert. Diese Arbeiten gaben den Hauptimpuls zum Bau eines solchen Magneten für die Magnetseparation. Die Auslegung des Magneten erfolgte im ersten Schritt durch FEM [83]. Die Methode ist sehr aufwendig. Daher entwickelt die vorliegende Arbeit eine analytische Berechnungsmethode basierend auf dem Dipolansatz. Sie eignet sich, um Magnetfeld und Magnetmasse systematisch zu optimieren.

8.1 Aufbau und analytische Berechnungsmethode

Der schematische Aufbau der Aubert-Anordnung mit vier Magnetringen ist in Abb. 8.1a dargestellt. Er besteht beispielhaft aus jeweils zwölf einzelnen Magnetwürfeln (als Pfeil repräsentiert). Die Pfeile zeigen die Magnetisierungsrichtung: die oberen beiden Ringe besitzen eine radial nach außen gerichtete Magnetisierung (divergente Magnetisierung). Gleichzeitig sind die beiden unteren Ringe radial nach innen gerichtet magnetisiert (konvergente Magnetisierung). Der Ursprung des Koordinatensystems liegt in der Mitte des Magnetinnenvolumens. Die Verschiebung in z -Richtung s_i ist der Abstand zwischen dem Koordinatenursprung und dem Zentrum des Magnetrings i . Zudem definiert b den Abstand

zwischen den Ringen. Abbildung 8.1b zeigt die Aufsicht auf einen Ausschnitt des Rings und legt folgende Größen fest: die Magnetseitenlänge a , seine reduzierte Seitenlänge a^* , den Radius der Magnetzentren r und den Winkel α zwischen zwei Magnetzentren.



(a) Schematischer Aufbau mit vier Ringen, die aus jeweils zwölf Magnetwürfeln bestehen. Die Pfeile zeigen die Magnetisierungsrichtung an. In dem zylindrischen Volumen zwischen den oberen und unteren Ringen entsteht ein longitudinales Magnetfeld, das in positive z -Richtung zeigt.

(b) Schematische Darstellung der Magnetkoordinaten mit der reduzierten Seitenlänge a^* und der maximalen Seitenlänge a .

Abb. 8.1 Aufbau des longitudinalen dipolaren Aubert-Magneten mit der Definition des Koordinatensystems und der benutzten Symbole.

8.1.1 Magnetflussdichte entlang der Zentrumsachse

Die Grundlagen des Dipolansatzes sind in Kapitel 2.2.3 beschrieben. Zur Berechnung des Aubert-Magneten ist hier festgelegt, dass für die Anzahl der Magnete pro Ring $n = 6 + k$ mit $k \in \mathbb{N}^0$ ($\mathbb{N}^0 = 0, 1, 2, \dots$) gilt. Die Einschränkung auf mindestens sechs Magnete/Ring stellt sicher, dass der Dipolansatz gültige Ergebnisse liefert.

Die n magnetischen Dipole liegen auf einem Kreis mit den Winkelpositionen $\alpha_i = 2\pi \cdot i/n$.

Für den Laufindex i gilt $i = 0, \dots, n - 1$. Der Magnetisierungsvektor $\mathbf{p}_{m,i}$ ist

$$\mathbf{p}_{m,i} = \pm p_{m,0} \cdot \begin{pmatrix} \cos(\alpha_i) \\ \sin(\alpha_i) \\ 0 \end{pmatrix}. \quad (8.1)$$

Wie in Abb. 8.1 definiert, besitzt der divergente Ring ein positives Vorzeichen, der konvergente Ring hingegen hat ein negatives Vorzeichen. Man nimmt weiter an, dass alle n Magnete dasselbe magnetische Moment $p_{m,0}$ besitzen.

Die Einheitsvektoren \mathbf{u}_i zeigen von dem Betrachtungspunkt $O(x = 0, y = 0, z)$ zum jeweiligen Dipol an der Position $P(x = r \cos(\alpha_i), y = r \sin(\alpha_i), z = 0)$ und sind wie folgt definiert

$$\mathbf{u}_i = \frac{1}{\sqrt{r^2 + z^2}} \cdot \begin{pmatrix} r \cdot \cos(\alpha_i) \\ r \cdot \sin(\alpha_i) \\ -z \end{pmatrix}. \quad (8.2)$$

Aus Symmetriegründen verschwindet der Term $\sum_{i=0}^{n-1} \mathbf{p}_{m,i} = 0$, da $n = 6 + k$. Desweiteren sind auch die x und y Komponenten in Gl. 2.26 null und der Vektor der magnetischen Flussdichte reduziert sich auf

$$\mathbf{B}(z) = \frac{3\mu_0 \cdot p_{m,0} \cdot r \cdot n \cdot z}{4\pi(r^2 + z^2)^{5/2}} \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ \mp 1 \end{pmatrix}. \quad (8.3)$$

Für den divergenten Ring gilt das negative Vorzeichen und für den konvergenten Ring das positive Vorzeichen. Die Betrachtung der Vektoren der magnetischen Flussdichte entlang der z -Achse ergibt, dass sich ihre Richtung im Zentrum des Rings, d. h. bei $z = 0$ ändert. So zeigen die Vektoren im Zentrum des divergenten Rings aufeinander zu, die des konvergenten Rings voneinander weg.

Um die Hochskalierung des Magneten zu ermöglichen, muss der Ausdruck B_z unabhängig von geometrischen Größen sein. Dazu wandelt man das Produkt der Vakuumpemreabilität μ_0 und der Magnetisierungsamplitude $p_{m,0}$ folgendermaßen um:

$$\mu_0 \cdot p_{m,0} = \mu_0 M \cdot V_m = B_r \cdot a^{*3}. \quad (8.4)$$

In die Gleichung gehen die Magnetisierung M , das Volumen V_m des Magneten sowie dessen Remanenz B_r ein. Wie schon in Kapitel 7.1.2 erwähnt, berücksichtigt die aktuelle Arbeit, dass die Magnete aufgrund der Verwendung eines Einsetzrahmens sich nicht berühren. Die Berechnung verwendet die sogenannte reduzierten Seitenlänge a^* .

Zur Herleitung von a^* geht man zunächst von der maximalen Seitenlänge des Magneten a

aus. Sie lässt sich aus der Geometrie in Abb. 8.1b gewinnen als

$$\tan \frac{\alpha}{2} = \frac{\frac{a}{2}}{r - \frac{a}{2}} \quad (8.5)$$

mit $\alpha = \frac{2\pi}{n}$. Dann ergibt sich für a^*

$$a^* = 2r \cdot \frac{\nu \tan(\pi/n)}{1 + \tan(\pi/n)} \quad (8.6)$$

und die dimensionslose Hilfsfunktion $\Psi(n, \nu)$ für Aubert-Magnete

$$\Psi(n, \nu) = \frac{\nu \tan(\pi/n)}{1 + \tan(\pi/n)}. \quad (8.7)$$

Schließlich ist die magnetische Flussdichte B_z aus Gl. 8.3 dimensionslos darstellbar

$$B_z(z/r) = \mp \frac{6 \cdot n \cdot (\Psi(n, \nu))^3 \cdot B_r}{\pi} \cdot \frac{z/r}{(1 + (z/r)^2)^{5/2}}. \quad (8.8)$$

Wiederum bezieht sich das negative Vorzeichen auf den divergenten Ring, das positive Vorzeichen auf den konvergenten Ring. Die resultierende Magnetflussdichte B_z einer geraden Anzahl von gestapelten Ringen m ergibt sich durch die Superposition (Überlagerung). Durch die Kombination aus $m/2$ divergenten Ringen an positiven z -Positionen und $m/2$ konvergenten Ringen an negativen z -Positionen entsteht die Magnetflussdichte B_z

$$B_{z,\text{mag}}(z/r) = \frac{6 \cdot n \cdot [\Psi(n, \nu)]^3 \cdot B_r}{\pi} \cdot \sum_{i=1}^{m/2} \left(\frac{(z + |s_i|)/r}{(1 + ((z + |s_i|)/r)^2)^{5/2}} - \frac{(z - |s_i|)/r}{(1 + ((z - |s_i|)/r)^2)^{5/2}} \right). \quad (8.9)$$

Die normierten Verschiebungen der Aubert-Ringe in positiver und negativer z -Richtung s_i/r sind

$$\begin{aligned} s_i/r &= \pm [s_1/r + (i-1)(\gamma + a^*/r)] \\ &= \pm [s_1/r + (i-1)(\gamma + 2 \cdot \Psi(n, \nu))]. \end{aligned} \quad (8.10)$$

Die Wahl der s_i -Werte beeinflusst stark die Gleichförmigkeit bzw. Schwingung der B_z -Kurve. Der relative Abstand zwischen den Ringen $\gamma = b/r$ muss so gewählt werden, dass $\gamma \geq 0$ ist. Das beeinflusst die Magnetflussdichte des Aubert-Magneten: B_z erreicht ein Maximum, wenn γ null ist. Der relative Abstand zwischen den zentrierten Magnetringen s_1/r muss so gewählt werden, dass $|s_1| \geq a^*/2$, damit verhindert wird, dass die Ringe einander überdecken. Deshalb muss die Bedingung $|s_1|/r = f \cdot \Psi(n, \nu)$ mit dem Faktor $f \geq 1$ erfüllt sein.

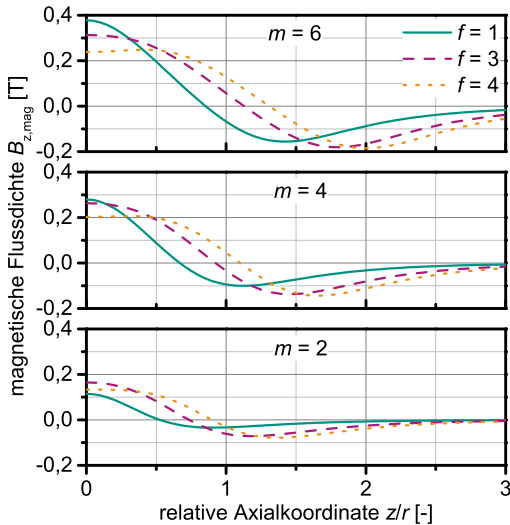


Abb. 8.2 Magnetflussdichteverteilung eines Aubert-Magneten mit $n = 12$ Magneten pro Ring auf der relativen axialen Koordinate z/r ($\gamma = 0$). Die normierte Verschiebung $s_1/r = f \cdot \Psi(n = 12, \nu = 1)$ variiert mit dem Faktor f .

Als Beispiel zeigt Abb. 8.2 die Magnetflussdichte eines Aubert-Magneten mit $n = 12$ Magneten pro Ring nach Gl. 8.9 mit Gl. 8.10. Der relative Abstand zwischen den Ringen γ ist auf null festgelegt. Es zeigt sich, dass mit steigender Anzahl aufeinander gestapelter Ringe ($m = 2, 4$ and 6) die magnetische Flussdichte $B_{z,\text{mag}}$ ansteigt. Man erkennt zusätzlich, dass sich mit wachsendem Abstand zwischen den zentrierten Ringen (d. h. mit größer werdendem Faktor f) die Kurven im Zentrum des Magneten ($z/r \geq 0$) verbreitern.

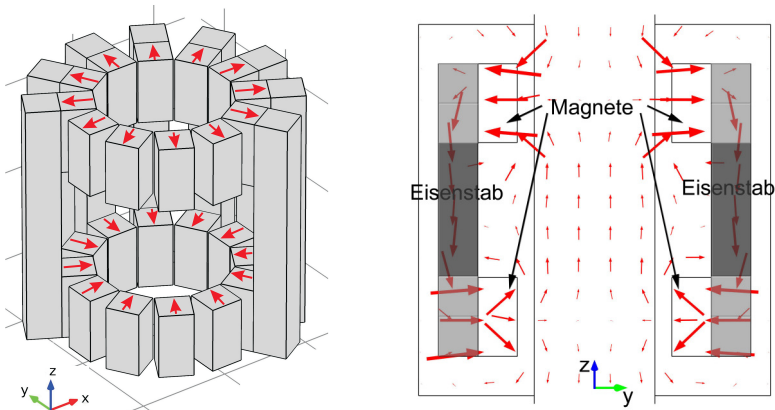
8.1.2 Magnetfeldverstärkung durch eine zweite Ringstruktur

Das Magnetfeld lässt sich nicht nur durch die Einführung von mehreren aufeinander gestapelten Ringen, sondern auch durch eine zweite Ringmagnetstruktur verstärken, die den inneren Magneten umschließt. Die umgebende Anordnung besteht aus Magnetwürfeln, die in einem Radius $r_2 \geq r + a^*$ angebracht sind. Sie weisen dieselben Dimensionen und Magnetisierungsrichtungen auf wie die jeweiligen benachbarten inneren Magneten. Die Zunahme an Magnetflussdichte ist mit Gl. 8.9 und Gl. 8.10 berechenbar, wobei der Magnetmittelpunktradius r mit r_2 ersetzt wird.

Da die Kosten für den Magnetwerkstoff hoch sind, kommt zur Verstärkung des Magnetfeldes ein Eisenjoch zum Einsatz. Das Eisenjoch verbindet die konvergenten und divergenten Magnetringe miteinander. Die Anordnung ist in Abb. 8.3a dargestellt. Man erkennt, dass es sich dabei im Grunde um einen Ring aus C-förmigen Magneten handelt, die alle dieselbe Polarität aufweisen. Zusätzlich zeigt Abb. 8.3b das Magnetflussdichtefeld. Die Stärke und Länge der Vektoren sind proportional zur Magnetflussdichte B , die an der jeweiligen

Pfeilspitze wirkt.

Der Dipolansatz ist ein geeignetes Konzept zur Auslegung von Magnetanordnungen. Die folgenden Abschnitte stellen eine heuristische Methode vor, die auf diesem Ansatz und den Betrachtungen der Abb. 8.3b basiert. Ziel ist es, die Auswirkungen von umgebenden Eisenstäben auf das Magnetfeld im Zentrum annäherungsweise zu beschreiben. Man nimmt an, dass die Eisenstäbe aus jeweils drei Teilen bestehen. Der oberste und der unterste Block (jeweils hellgrau eingefärbt) sind an den Magnetringen angebracht, während der Stab in der Mitte (dunkelgrau eingefärbt) die beiden Magnetringe verbindet.



(a) Magnetaufbau und Definition des Koordinatensystems mit dem Ursprung im Mittelpunkt des inneren Hohlvolumens. Die inneren beiden Ringe bestehen aus je zwölf Magnetblöcken. Vier Eisenstäbe sind der Übersichtlichkeit halber weggelassen.

(b) Querschnitt der z - y Ebene. Das FEM-Vektorfeld der Magnetflussdichte in den untersuchten Magneten und in ihrer Umgebung [83]. Die Pfeilgröße ist der Magnetflussdichte B und der Pfeilspitze proportional. Die Eisenstäbe sind in drei Abschnitte unterteilt: die hellgrauen Segmente bestehen aus Würfeln, die an die Magnetwürfel der oberen und unteren Magnetringe grenzen, die dunkelgrauen Bereiche sind die dazwischenliegenden Eisenstäbe.

Abb. 8.3 Aubert-Magnet mit einem zweiten Ring, der aus Eisenstäben besteht und um die Magnetinnerringe angebracht ist.

Die FEM Simulation ergibt, dass die magnetischen Flusslinien hauptsächlich durch die direkt verbundenen Eisenstäbe verlaufen und ein Magnetfeld im Aubert-Magnetinnenvolumen erzeugen. Aus diesem Grund nimmt der heuristische Ansatz an, dass die Eisenstäbe jeweils ausschließlich durch die direkt verbundenen Magnete magnetisiert werden und benachbarte Magneten einen vernachlässigbaren Beitrag haben. Die Eisenwürfel, die an die Magnete grenzen, besitzen dabei eine stärkere Magnetisierung als der mittlere Teil. Beide tragen jedoch zur Magnetflussdichte im Zentrum der Anordnung bei.

Die Suszeptibilität der Eisenblöcke hängt von der Magnetisierungsrichtung und ihrer Geome-

trie ab. Der Demagnetisierungsfaktor berücksichtigt diesen Zusammenhang. Der Einfachheit halber sind die Ringe dicht gestapelt, d. h. $\gamma = 0$, und die umgebenden Ringe direkt mit den inneren Ringen verbunden, $r_2 = r + a^*$.

Die Summe der hervorgerufenen magnetischen Flussdichte ausgehend von den Magnetringen $B_{z,\text{mag}}$, den am Magnetring angebrachten oberen und unteren Eisenblöcken $B_{z,\text{att}}$ sowie den verbindenden Eisenstäben $B_{z,\text{int}}$ ist

$$B_z = B_{z,\text{mag}} + B_{z,\text{att}} + B_{z,\text{int}}. \quad (8.11)$$

Die Berechnung der einzelnen Beiträge wird in den folgenden zwei Abschnitten behandelt. Die Methode bedient sich der Heuristik, d. h. sie beruht auf Beobachtungen und Annahmen. Das Verfahren dient der einfacheren Lösung und stellt einen Ersatz zu einem exakten Algorithmus dar, der zwar theoretisch eine genaue oder beste Lösung liefert, aber zu großen Aufwand erfordert.

Wirkung der am Magnetring angehefteten Eisenwürfel (hellgraue Segmente der Eisenstäbe)

Zunächst erfolgt die Berechnung der Hintergrundmagnetflussdichte $B_{x,0}$ im Zentrum der Eisenwürfel. Man erhält sie nach Gl. 2.26 durch die Wirkung des magnetischen Dipols, der sich im Zentrum des jeweils direkt verbundenen Magnetwürfels befindet. Die in die Gleichung eingehenden Größen sind der Magnetisierungsvektor \mathbf{p}_m und der Einheitsvektor \mathbf{u} . Beide sind im Folgenden definiert.

Das FEM Ergebnis zeigt, dass die Magnetflusslinien im Zentrum der Magnetwürfel radial nach außen bzw. innen orientiert sind. Betrachtet man zunächst nur einen einzelnen Magnetwürfel und definiert, dass der Magnetisierungsvektor in x -Richtung zeigt, dann ist er wie folgt definiert

$$\mathbf{p}_m = \pm p_{m,0} \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}. \quad (8.12)$$

Ferner ist der Einheitsvektor, der vom Zentrum des Eisenwürfels $P(x = r_2, y = 0, z = s_i)$ zum Dipol des nächsten Magnetwürfels $O(x = r, y = 0, z = s_i)$ weist, gegeben durch

$$\mathbf{u}_i = \frac{1}{r_2 - r} \begin{pmatrix} -(r_2 - r) \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}. \quad (8.13)$$

Mit Gl. 2.26 und Gl. 8.4 ergibt sich die Hintergrundmagnetflussdichte in der Mitte des Eisenwürfels $P(x = r_2, y = 0, z = s_i)$, welche durch den benachbarten Magnetwürfel erzeugt wird, mit

$$B_{x,0} = \frac{B_r}{2 \cdot \pi}. \quad (8.14)$$

Die Berechnung der Zunahme an Magnetflussdichte $B_{z,\text{att}}(z)$ auf der Mittelachse ist die

Summe der Feldwirkung aller Dipole, wie in Gl. 2.26 ff. gezeigt. Man ersetzt jedoch den Radius r durch den Radius $r_2 = r + a^*$. Die Magnetisierungsamplitude $p_{m,0}$ des Eisenwürfels ist das Produkt aus der Magnetisierung M und dem Volumen $V_m = a^{*3}$. Die Magnetisierung des Eisenwürfels M wiederum hängt von der Suszeptibilität χ des Würfels und der Hintergrundmagnetflussdichte B_0 ab. Es gilt

$$\mu_0 p_{m,0} = \mu_0 M \cdot V_m = B_0 \chi a^{*3}. \quad (8.15)$$

Die Suszeptibilität χ ist eine Funktion der wahren (intrinsischen) Suszeptibilität und des Demagnetisierungsfaktors. Die Bestimmung beider Größen ist im Grundlagenteil, siehe Abschnitt 2.1.3, beschrieben. Nach Einsetzen und Umformen erhält man

$$B_{z,\text{att}}(z/r) = \frac{6 \cdot n \cdot [\Psi(n, \nu)]^3 \cdot (1 + 2\Psi(n, \nu)) \cdot B_{x,0} \cdot \chi}{\pi} \quad (8.16)$$

$$\cdot \sum_{i=1}^{m/2} \left[\frac{(z + |s_i|)/r}{[(1 + 2\Psi(n, \nu))^2 + ((z + |s_i|)/r)^2]^{5/2}} - \frac{(z - |s_i|)/r}{[(1 + 2\Psi(n, \nu))^2 + ((z - |s_i|)/r)^2]^{5/2}} \right].$$

Die Zunahme der Magnetflussdichte entlang der Mittelachse um den Wert $B_{z,\text{att}}$ beruht auf der Auswirkung der hellgrauen Segmente der Eisenstäbe (siehe Abb. 8.3b), die direkt an die Magnetringen angeheftet sind.

Wirkung der zwischen den Magnetringen liegende magnetische Eisenrückschlussteile (dunkelgraue Segmente der Eisenstäbe)

Die dunkelgrauen Teile der Eisenstäbe verbinden die konvergenten mit den divergenten Magnetringen. Man nimmt jedes Segment als einzelnen Dipol in z -Richtung an, da die Magnetflusslinien laut FEM in diese Richtung weisen. Zunächst muss die Magnetflussdichte in der Mitte der Stäbe berechnet werden. Wie schon zuvor angenommen, tragen nur die direkt verbundenen Magnetblöcke, die oberen wie die unteren, wesentlich zur entstehenden Magnetflussdichte in der Mitte des Eisenstabes an der Stelle $P_2(x = r_2, y = 0, z = 0)$ bei.

Die Berechnung der Hintergrundmagnetflussdichte geht auf Gl. 2.24 zurück. Die in die Gleichung eingehenden Größen sind der Magnetisierungsvektor und der Einheitsvektor. Ersteres ist wie in Gl. 8.12 definiert und der Einheitsvektor beträgt

$$\mathbf{u}_i = \frac{1}{\sqrt{(r_2 - r)^2 + s_i^2}} \cdot \begin{pmatrix} -(r_2 - r) \\ 0 \\ \pm s_i \end{pmatrix}. \quad (8.17)$$

Da die x -Komponente der Magnetflussdichte viel niedriger ist als die z -Komponente, kann sie vernachlässigt werden. Die Superposition der Wirkung der m aufeinander gestapelten

Magnete ergibt in der Mitte des verbindenden Eisenstabs die Magnetflussdichte

$$B_{z,0} = \frac{24 \cdot B_r \cdot [\Psi(n, \nu)]^4}{\pi} \cdot \sum_{i=1}^{m/2} \frac{|s_i|/r}{(4[\Psi(n, \nu)]^2 + (s_i/r)^2)^{5/2}}. \quad (8.18)$$

Im Anschluss ist der Zuwachs der Magnetflussdichte auf der z -Achse, der durch die Eisenstäbe hervorgerufen wird, berechenbar. In Gl. 2.26 geht der Magnetisierungsvektor

$$\mathbf{p}_{m,i} = p_{m,0} \cdot \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ -1 \end{pmatrix} \quad (8.19)$$

und der in Gl. 8.2 definierte Einheitsvektor ein, wobei allerdings r durch r_2 ersetzt wird. Es zeigt sich, dass nur die z -Komponente einen Beitrag liefert. Der Zuwachs der Magnetflussdichte entlang der Mittelachse ist

$$B_{z,\text{int}}(z/r) = \frac{2 \cdot [\Psi(n, \nu)]^2 \cdot n \cdot (s_1/r - \Psi(n, \nu)) \cdot B_{z,0} \cdot \chi}{\pi} \cdot \left[\frac{(1 + 2\Psi(n, \nu))^2 - 2(z/r)^2}{((1 + 2\Psi(n, \nu))^2 + (z/r)^2)^{5/2}} \right]. \quad (8.20)$$

Schließlich ist die gesamte Magnetflussdichte entlang der Mittelachse des Aubert-Magneten nach Gl. 8.11 berechenbar.

8.2 Validierung der analytischen Berechnungsmethode

Die im Abschnitt 8.1 beschriebene Berechnungsmethode ist für Auslegungstudien geeignet. Der Vergleich des analytischen Dipolansatzes und dessen heuristische Näherung für das Eisenjoch mit den Ergebnissen numerischer FEM-Simulationen [83] dient der Validierung des neuen Verfahrens. Die Berechnungen verwenden die Abmessungen des gebauten Aubert-Magneten (vgl. Abschnitt 8.3 und Tabelle 8.1).

Zur Berechnung des Eisenjochs nach Abschnitt 8.1.2 ist die Magnetisierungskurve des verwendeten Edelstahl (1.4016: X6Cr17, AISI 430) bzw. dessen Suszeptibilität erforderlich. Eine AGM-Messung mit Hilfe des MicroMagTM Modells 2900 an einem langen, dünnen Draht (Durchmesser 0,1 mm, Länge 3 mm), der axial magnetisiert wurde, weist vernachlässigbare Entmagnetisierungseffekte auf und ist deshalb gut geeignet.

Die folgende Gleichung beschreibt die gemessene Kurve mit dem Bestimmtheitsmaß $R^2 = 0,99995$:

$$M_t = M_{m,s} + A_1 e^{-B_0/(t_1 \mu_0)} + A_2 e^{-B_0/(t_2 \mu_0)} \quad (8.21)$$

mit der Sättigungsmagnetisierung $M_{m,s} = 1,20803 \cdot 10^6$ A/m, den Amplituden $A_1 = -922262,6$ A/m, $A_2 = -96347,8$ A/m und den Parametern $t_1 = 9914$ A/m, $t_2 = 45148$ A/m.

Zunächst ist die Bestimmung des Hintergrundfeldes ($B_{x,0}$, siehe Gl. 8.14 und $B_{z,0}$, siehe Gl. 8.18) im Zentrum der Eisenblöcke bzw. der Stäbe notwendig. Die jeweils erzeugte wahre Magnetisierung ist nach Gl. 8.21 berechenbar. Der Entmagnetisierungsfaktor der einzelnen Teilelemente ist in Abhängigkeit vom Breite-zu-Höhe-Längenverhältnis und der intrinsischen Suszeptibilität in der Literatur beschrieben, siehe Abschnitt 2.1.3.

8.2.1 Die FEM Simulationsmethode

Das FEM Simulationsprogramm COMSOL Multiphysics [83] beinhaltet das „Magnetische Feld“ (mf) Modul zur Berechnung und das Ampèresche Gesetz zur Festlegung der Materialparameter. Die Materialeigenschaften sind wie in Abschnitt 2.2.2 festgelegt. Das Volumen des gesamten Berechnungsnetzes ist $2,2 \text{ m}^3$ und besteht aus 25493 tetraedrischen Elementen, wobei das Untersuchungsvolumen (VOI: volume of interest), d. h. das Innere des Aubert-Magneten, 5660 Elemente besitzt. Das VOI ist ein Zylinder mit einer Länge von 730 mm und einem Durchmesser von 53,5 mm. Er schließt bei der Axialkoordinate $z = -130 \text{ mm}$ mit dem unteren Ende des Aubert-Magneten ab und ragt oberhalb des Magneten bis $z = 600 \text{ mm}$ hinaus. Die Elementgröße des VOI Netzes liegt zwischen 5 mm und 50 mm mit einer durchschnittlichen Elementwachstumsrate von 1,756 (maximale Rate beträgt 3,194). Die Elementqualität ist durchschnittlich 0,7196, aber nicht kleiner als 0,2294.

8.2.2 Ergebnisse und Vergleich mit FEM Lösungen

Die verwendeten Magnet- und Eisenmaterialabmessungen, die berechneten Hintergrundmagnetflussdichten, die wahren Suszeptibilitäten und die daraus bestimmten Demagnetisierungsfaktoren sind in Tabelle 8.1 aufgelistet. Mit diesen Werten ist die magnetische Flussdichte entlang der z -Achse der Aubert-Magneten ermittelbar. Die Tabelle 8.1 zeigt die maximale Zunahme von B_z im Zentrum des Magneten.

Der Aubert-Magnet, der keinen zweiten Ring besitzt (bezeichnet als „mag“), erzeugt im Zentrum des Magneten $B_{z,\text{mag}} = 0,17 \text{ T}$. Fügt man eine zweite Ringstruktur aus magnetischem Material hinzu, die die Innere umgibt, so steigt das Feld an. Die Bezeichnung lautet „2mag“. Konkret bedeutet dies bei einem Aubert-Magneten, der aus $n = 12$ Magneten pro Ring besteht, die jeweils eine Seitenlänge von $a^* = 35 \text{ mm}$ aufweisen, dass die Magnetflussdichte im Zentrum ($z/r = 0$) um $0,09 \text{ T}$ ansteigt. Man erreicht folglich maximal $B_z = 0,26 \text{ T}$ im Zentrum des Aubert-Magneten.

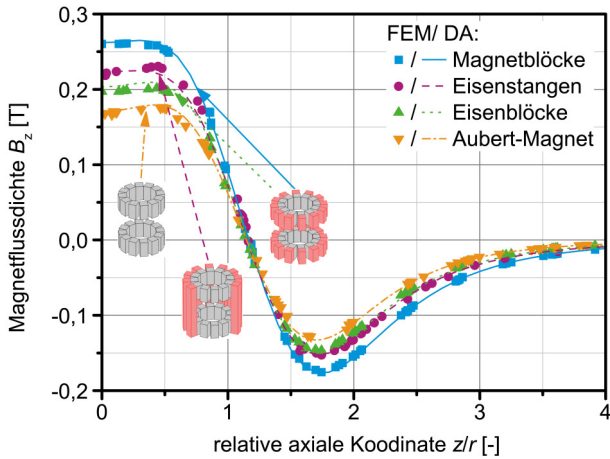
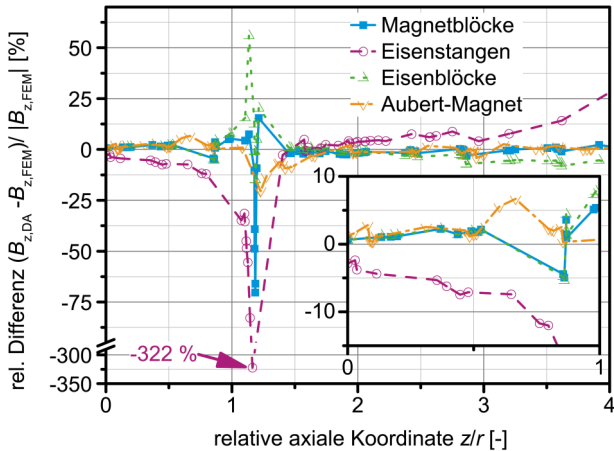
In der Mitte der an den Magnetringen angebrachten Eisenblöcke (bezeichnet als „att“) entsteht das Hintergrundfeld $B_{x,0} = 0,223 \text{ T}$. Die wahre Magnetisierung M_t ist $1,21 \cdot 10^6 \text{ A/m}$. Die Eisenblöcke weisen ein Seitenverhältnis von $L/D = 0,63$ auf, wobei der äquivalente Durchmesser nach Gl. 2.15 berechenbar ist. Die intrinsische Suszeptibilität χ_t ergibt dann 6,8 und der Entmagnetisierungsfaktor N_m lässt sich durch lineare Interpolation der Werte aus [63] bestimmen und man erhält $N_m = 0,4014$. Schließlich beträgt die Suszeptibilität $\chi = 1,823$ und der Beitrag zur Magnetflussdichte in der Mitte der Magnetbohrung $B_{z,\text{att}}(z/r = 0)$ ergibt den Wert von $0,03 \text{ T}$.

Tabelle 8.1 Geometrische Abmessungen eines Aubert-Magneten, der aus $m = 4$ Magnetringe mit jeweils $n = 12$ Magneten besteht. Die beiden konvergenten und divergenten Ringe berühren sich jeweils ($\gamma = 0$) und die relativen Abstände zum Zentrum betragen $s_1/r = 0,91$ und $s_1/r_2 = 0,64$. n. a. bedeutet nicht zutreffend.

	Länge in Magnetisierungs- richtung L	reduzierte Seitenlänge a^*	Seitenlänge c	äquivalenter Durchmesser (siehe Gl. 2.15) D	Hintergrundmagnetfluss- dichte B_0	wahre Suszeptibilität χ_t	Entmagnetisierungsfaktor $N_m(\chi_t)$	maximaler Betrag zur Ma- gnetflussdichte im Zentrum des Aubert-Magneten $B_{z,j}$ ($z/r = 0$) [T]
	[mm]	[mm]	[mm]	[mm]	[T]	[-]	[-]	[T]
mag	n. a.	35	35	n. a.	n. a.	n. a.	n. a.	0,17
2mag	n. a.	35	35	n. a.	n. a.	n. a.	n. a.	0,09
att	35	35	70	55,9	0,223	6,8	0,4014	0,03
int	120	35	35	39,5	0,025	51,7	0,1008	0,02

Der aus Eisen bestehende Verbindungsstab (bezeichnet als „int“) besitzt ein Seitenverhältnis von $L/a^* = 3,43$. Die durch das externe Magnetfeld ($B_{z,0}(x = r_2, y = 0, z = 0) = 0,025$ T) induzierte wahre Magnetisierung beträgt $M_t = 1,02 \cdot 10^6$ A/m. Mit der wahren Suszeptibilität $\chi_t = 51,7$ lässt sich der Entmagnetisierungsfaktor N_m durch lineare Näherung der Werte aus [63] bestimmen, er ist $N_m = 0,1008$. Dann ergibt die Suszeptibilität $\chi = 8,32$ und der Beitrag zur Magnetflussdichte in der Magnetbohrungsmitte ist $B_{z,im}(z/r = 0) = 0,02$ T.

Abbildung 8.4 zeigt den Vergleich des Dipolansatz bzw. dessen heuristische Näherung mit FEM-Ergebnissen. Aufgetragen ist die resultierende magnetische Flussdichte in der Aubert-Magnetmitte als Funktion der relativen positiv axialen Koordinate. Das Diagramm zeigt den Verlauf für die Anordnungen ohne zweite Ringstruktur, mit Eisenblöcken, mit Eisenstäben und mit einem zweiten Magnetring anstelle von Eisenblöcken. Die relative Differenz zwischen den Ergebnissen der Dipolannäherung und der FEM Simulation zeigt Abb. 8.4b. Ein negativer Wert bedeutet, dass das DA Ergebnis kleiner als die FEM Lösung ist, wohingegen eine positive relative Differenz für das Gegenteil steht.

(a) Magnetische Flussdichte B_z berechnet mit FEM (Symbole) und DA (Linien).

(b) Relative Differenz der Magnetflussdichte zwischen DA und FEM.

Abb. 8.4 Magnetflussdichte B_z entlang der Achse des Aubert-Magneten mit und ohne Eisenstäbe sowie mit einem zweiten Ring aus Blöcken (Eisen oder Magnetwerkstoff) rings um den inneren Magnetring. Vergleich zwischen FEM-Simulation (Symbole) und Dipolnäherung (Linien). Beide Berechnungen beruhen auf den Abmessungen des gebauten Magneten (siehe Tabelle 8.1).

Die Werte der relativen Differenz liegen meist unter 10 %, doch es ist deutlich erkennbar, dass bei $z/r = 1,2$ die Werte stark auf +56 % ansteigen bzw. auf -325 % absinken. Wie erwartet, steigen die relativen Fehler bei Magnetfeldwerten um null sehr stark an und haben daher keine Bedeutung in diesem Bereich. Der Aubert-Magnet mit Eisenstäben zeigt die größte Abweichung entlang der axialen Koordinate. Dies liegt sicherlich daran, dass der mittlere Teil der Eisenstäbe jeweils als ein Dipol betrachtet wird.

Die Güte der Heuristik kann dadurch verbessert werden, indem man die Stäbe in mehrere Einzeldipole unterteilt. Außerdem vernachlässigt die Berechnung den Einfluss der direkt verbundenen Eisenwürfel auf die Eisenstäbe und umgekehrt. Für die Magnetauslegungsrechnung zum Einsatz in der Magnetseparation stimmen die Ergebnisse der FEM-Simulation mit der analytischen Dipolannäherungslösung ausreichend gut überein. Der Einsatz der Eisenstäbe erhöht die Magnetflussdichte und bietet daher einen signifikanten Vorteil gegenüber der jochlosen Konfiguration.

Die Magnetflussdichte nimmt durch einen zweiten Magnetring um die inneren Magnetringe herum weiter zu. Dies hat den Vorteil, dass die Trennkammer seitlich zugänglich ist, obgleich dies die Kosten für den benötigten magnetischen Werkstoff verdoppelt. Die Anziehungskraft zwischen den konvergenten und divergenten Ringen ist vermutlich sehr hoch. Daher benötigt der Aubert-Magnet eine mechanische Konstruktion, die die einzelnen Magnete einfasst und stark genug ist, um den Abstand zwischen den Ringen zuverlässig zu gewährleisten.

8.3 Bau, Messung und Vergleich mit dem Elektromagneten

Der Aubert-Magnet ist für eine vorhandene magnetisch verstärkte Zentrifuge (MEC) [46], siehe Abb. 8.8 ausgelegt. Der Bohrungsdurchmesser d_i und die Trennlänge l_z sollen daher jeweils 120 mm betragen. Der Magnet muss innerhalb des Nutzvolumens eine magnetische Flussdichte von mindestens 0,2 T aufweisen, damit die Separation gelingt.

8.3.1 Bau des Aubert-Magneten

Der Aubert-Magnet besteht aus vier Aluminiumscheiben von 10 mm Stärke mit zwölf rechteckigen Aussparungen zum Einsetzen der Magnete und Eisenstäbe. Die Scheiben haben sechs Bohrungen für Gewindestäbe, die die Aubert-Ringe gestapelt zusammenhalten. Die quaderförmigen Magnete haben eine Seitenlänge von $a^* = 35$ mm und eine Höhe von 70 mm. Die Mittelpunkte der Magnete befinden sich auf einem Kreis mit einem Radius von $r = 85,4$ mm. Die Verschiebung der Aubert-Ringe in positiver und negativer z -Richtung beträgt $s_1 = \pm 77,5$ mm und $\gamma = 0$. Zur Anwendung kamen NdFeB-Magnete der Stärke N48. Dies entspricht einem maximalen Energieprodukt $(B \times H)_{\max}$ von 48 MGOe und einer Remanenz B_r von etwa 1,4 T (Lieferantenangaben). Das Eisenjoch besteht aus magnetischem Edelstahl 1.4016 (X6Cr17) AISI 430. Die Mittelpunkte der Eisenstäbe liegen auf einem Kreis mit dem Radius $r_2 = 120,4$ mm. Abbildung 8.5 zeigt den fertiggestellten Aubert-Magneten.



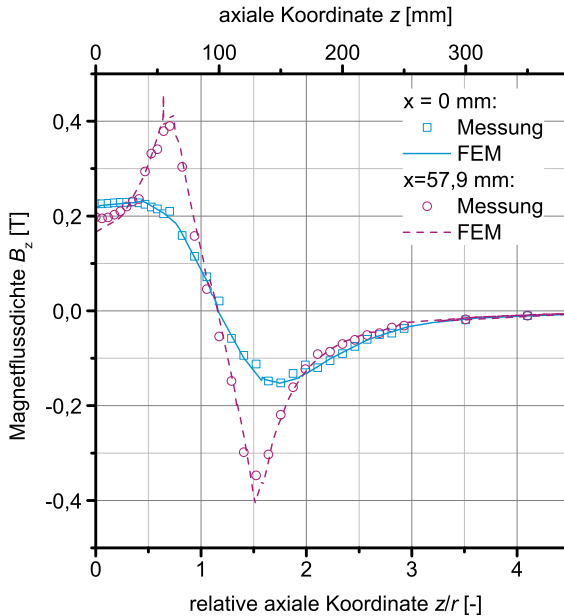
Abb. 8.5 Fertig montierter Aubert-Magnet mit zwei Ringen, die $n = 12$ Magnete ($35 \times 35 \times 70$ mm) aus NdFeB der Stärke N48 ($B_r = 1,4$ T, abhängig vom Lieferanten) und zwölf Eisenstäbe (1.4016 oder AISI 430) um die Magnetringe herum aufweisen. Die Gesamthöhe beträgt 300 mm.

Zunächst steckt man die leeren Aluminiumscheiben mit Hilfe von Gewindestäben und Abstandshülsen aufeinander und setzt anschließend die Eisenblöcke ein. Um hohe Kräfte zu vermeiden und die Montage zu vereinfachen, werden erst sechs Magnetblöcke in den oberen und unteren Teil des Aluminiumrahmens eingefügt. In diesem Schritt bleibt jeweils zwischen zwei Magneten ein Platz frei. Beim Einsetzen der dazwischenliegenden Magnete muss beachtet werden, dass hohe Abstoßungs- und Anziehungskräfte (ca. 50 N) auftreten. Zur Platzierung der Zwischenmagnete mittels Handkraft ist daher ein Abstandhalter-Werkzeug mit einer für die Magnete passenden Aussparung und ein Holzkolben notwendig. Wenn die Magnete an Ort und Stelle sitzen, bleibt nur die Kraft in radialer Richtung übrig. Sie wird durch den Aluminiumrahmen gehalten. Die obere und die untere Aluminiumscheibe dienen daher hier lediglich zum Schutz und zur Anbringung von drei Tragösen zur Montage des Magnetens.

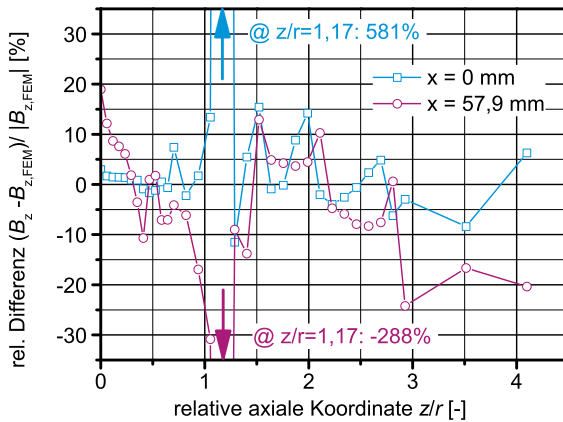
8.3.2 Magnetfeldmessung des Aubert-Magnetens

Das Magnetfeld ist mit einem Gauss-/Teslameter vom Typ FH 51 der Firma Magnet-Physik Dr. Steingroever GmbH bestimmbar. Die Magnetflussdichtemessung findet entlang der axialen Koordinate z bei $x = 0$ mm und 10 mm vom Rand entfernt ($x = 57,9$ mm) statt. Das Magnetfeld ist symmetrisch, so dass die Darstellung entlang der negativen Achsenkoordinate ($-z$) entfällt.

Abbildung 8.6 zeigt die simulierte und die gemessene Magnetflussdichte B_z . Die axiale Komponente der Magnetflussdichte beträgt rund 0,23 T innerhalb der nutzbaren Länge bis $z = \pm 60$ mm; sie geht lediglich am Rand auf 0,2 T zurück. Jenseits $z = 60$ mm nimmt



(a) Magnetische Flussdichte.



(b) Relative Differenz.

Abb. 8.6 Vergleich der gemessenen und der FEM-simulierten Magnetflussdichte B_z im Zentrum des zylindrischen Aubert-Magnetinnenvolumens $x = 0$ mm und 10 mm vom inneren Hohlvolume nrand entfernt $x = 57,9$ mm.

die Flussdichte schnell ab. Sie zeigt bei $z = 100$ mm den Wert von 0 T und ändert dort ihre Richtung. Bei $z = 140$ mm wird das Minimum von $-0,15$ T erreicht und anschließend flacht die Flussdichte allmählich bis auf 0 T ab; dieser Wert stellt sich bei etwa $z = 350$ mm ein. Wie erwartet ist die Magnetflussdichte in x - und y -Richtung (B_x und B_y) entlang der Mittelachse vernachlässigbar gering (nicht gezeigt).

Die Messung am Rand ($x = 57,9$ mm) ergibt, dass das longitudinale Feld bei $z = 0$ mm 0,2 T beträgt und an den Rändern des Magnetings auf 0,4 T ansteigt. Dann sinkt es schnell auf 0 T bei $z = 95$ mm, ändert seine Richtung und erreicht $-0,4$ T bei $z = 130$ mm; bis $z = 350$ mm geht es allmählich auf 0 T zurück. Die Messung zeigt, dass zwei Maxima $B = 0,4$ T bei $z = 70$ mm und 120 mm auftreten. Deshalb muss der Magnet zum Rückspülen der Partikel mindestens um 600 mm angehoben werden, damit innerhalb der Trennkammer ein vernachlässigbares Feld ($B_z < 0,02$ T, siehe Abb. 8.6 bei $z = 300$ mm) herrscht.

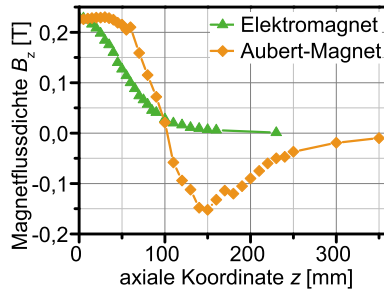
Die Berechnung der relativen Differenz zwischen Messung und FEM Simulation bedarf einer linearen Interpolation der FEM Werte an den Messpunkten. Die Ergebnisse sind in Abb. 8.6b gezeigt. Ein negativer Wert bedeutet, dass der Messwert unterhalb der FEM Lösung liegt und umgekehrt. Man erwartet, dass die relativen Fehler um Magnetfeldwerte von null drastisch ansteigen. Dies liegt an dem sehr kleinen Nenner $|B_{z,FEM}| \rightarrow 0$, der den Bruch gegen unendlich anwachsen lässt. Daher haben die beiden Punkte, die jeweils bei $z/r = 1,17$ einen sehr niedrigen (-288%) bzw. hohen (581%) Wert aufweisen, keine Bedeutung. Allgemein lässt sich jedoch sagen, dass die relative Differenz zwischen -10% und 10% liegt. Wenige Punkte weichen davon ab, liegen dennoch zwischen -24% und 20% . Dies zeigt, dass FEM-Lösung und Messungen recht gut übereinstimmen.

8.3.3 Vergleich des Aubert-Magneten mit dem Elektromagneten

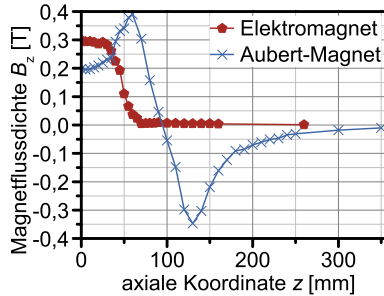
Der Aubert-Magnet und der Elektromagnet (AME 60 13 16 So-K) besitzen eine ähnliche Nutzfläche und nutzbare Polhöhe. Jedoch sind der äußere Durchmesser, die Gesamtabmessungen und das Gewicht beider Magnete verschieden, siehe Tabelle 8.2. Der Aubert-Magnet ist leicht und kompakt: Er wiegt 50 kg; dies entspricht einem Fünftel des Gewichts des Elektromagneten. Seine Abmessungen sind geringer als die des Elektromagneten, welcher zusätzlich noch einen schweren und großen Schaltkasten benötigt.

Die Magnetflussdichte im Zentrum des Aubert-Magneten beträgt 0,23 T. Im Abstand von ± 60 mm vom Zentrum ist sie nicht weniger als 0,2 T. Dies bedeutet, dass innerhalb des gesamten Zentrifugenvolumen ein nahezu konstant hohes Magnetfeld herrscht. Der Magnet eignet sich daher für den Separationsprozess. Auch wenn der Elektromagnet ein höheres Feld erzeugen kann, so ist doch die maximale Betriebsdauer bei 0,47 T, d. h. bei 100 A auf nur 20 min begrenzt, da die entstehende Wärme nicht ausreichend gut abgeführt werden kann. Die Einsatzzeit ist durch die Verringerung der Stromstärke verlängerbar, jedoch sinkt dadurch das Magnetfeld. Bei einem Strom von 50 A beträgt das Feld im Zentrum des Magneten noch 0,25 T und der Benutzungszeitraum ist länger als 2,5 h.

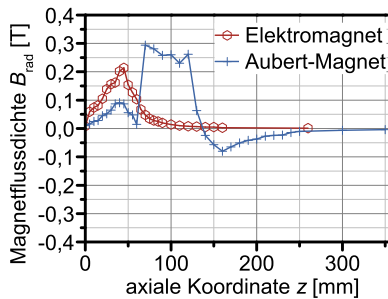
Der Magnetflussdichteverlauf der beiden longitudinalen Magnete ist in Abb. 8.7 dargestellt. Die Messwerte der axialen Komponente B_z in der Magnetmitte sind als Funktion



(a) Longitudinale Magnetflussdichte B_z entlang der z -Mittelachse ($x = y = 0$ mm).



(b) Magnetflussdichte entlang des Magnetinnenrandes (Abstand 10 mm) in longitudinaler Richtung B_z .



(c) Magnetflussdichte entlang des Magnetinnenrandes (Abstand 10 mm) in radialer Richtung B_{rad} .

Abb. 8.7 Vergleich der Magnetflussdichte des Aubert-Magneten und des Elektromagneten entlang der Mittelachse und am Rand des inneren Hohlvolumens.

Tabelle 8.2 Vergleich des wassergekühlten Elektromagneten und des Aubert-Magneten hinsichtlich Dimension, Gewicht sowie maximal erreichbarem Feld im Zentrum.

Parameter	Einheit	Aubert-Magnet	Elektromagnet*
Nutzfläche A_u	cm ²	122	123
nutzbare Polhöhe l_z	cm	12	15
axiale Höhe h_z	cm	30	15
äußerer Durchmesser d	cm	30	62
NdFeB Masse M	kg	15	n. a.
Magnetgesamtgewicht M_{total}	kg	50	250
Schaltkastenabmaße	cm	n. a.	50x75x180
Schaltkastengewicht	kg	n. a.	350
max. Flussdichte B_{max}	T	0,23	0,47**

n. a.: nicht anwendbar

* wassergekühlter Typ: AME 60 13 16 So-K, vgl. Abschnitt 5.1.1.

** Die maximale Betriebszeit bei der angegebenen Magnetflussdichte B beträgt ca. 20 min.

der Axialkoordinate z in Abb. 8.7a zu sehen. Die radiale und die tangentielle Magnetfeldkomponente B_{rad} und B_t sind vernachlässigbar. Der Aubert-Magnet und der Elektromagnet erreichen beide in der Magnetmitte 0,23 T. Die Magnetflussdichte des Elektromagneten sinkt von dort aus ab und erreicht bei $z = 150$ mm den Wert 0 T. Im Gegensatz zum Aubert-Magneten zeigt der Elektromagnet kein Plateau der Magnetflussdichte im mittleren Bereich ($-60 \text{ mm} \geq z \geq 60 \text{ mm}$).

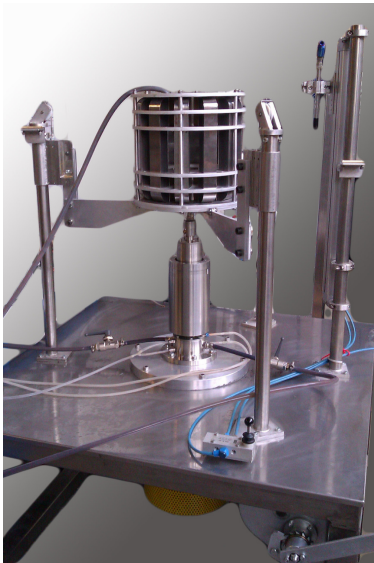
Eine zweite Messreihe bestimmt die magnetische Flussdichte, die 10 mm vom Magnetinnenrand eines jeden Magneten entfernt und entlang der z -Achse vorliegt. Der x -Wert ist 51,5 mm beim Elektromagneten bzw. 57,9 mm im Fall des Aubert-Magneten. Die Ergebnisse sind in Abb. 8.7b dargestellt.

Die axiale Magnetflussdichte B_z bei $z = 0$ mm und am Rand, d. h. bei $x = 51,5$ bzw. 57,9 mm unterscheidet sich von den Werten im Zentrum der Magnete. So ist die Magnetflussdichte des Elektromagneten auf 0,3 T erhöht, betrachtet man den Aubert-Magneten beträgt sie hingegen lediglich 0,2 T. Die tangentielle Komponente der Magnetflussdichte B_t ist vernachlässigbar gering, während die radiale Komponente B_{rad} am Rand der Magnete eine Funktion der axialen Koordinate z ist. Bei $z = 0$ mm ist B_{rad} kleiner als 0,01 T. Sie steigt von dort aus bis $z = 40$ mm auf 0,09 T (Aubert-Magnet) bzw. 0,21 T (Elektromagnet) an und sinkt anschließend wieder ab. Wie auch in Abb. 8.3b gezeigt, sind auf Höhe der Magnetringe die Feldlinien am Rand radial orientiert. Dies spiegelt sich in den Magnetfeldmessungen wieder. Sie zeigen, dass bei $z = 70$ mm B_{rad} auf 0,3 T ansteigt. Die magnetische Flussdichte

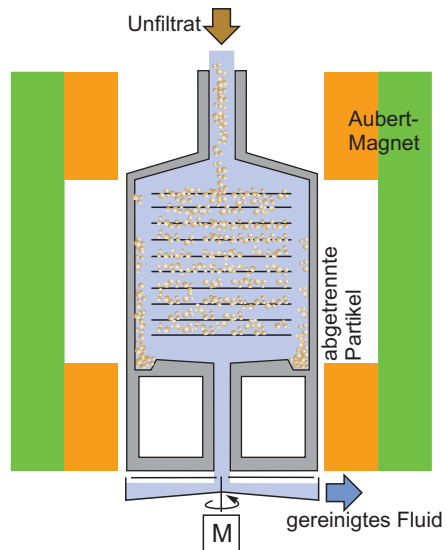
B_{rad} sinkt von der Unterseite bis zur Oberseite der Magnetringe leicht ab, außerhalb des Magneten ist ein starker Abfall messbar.

Abbildung 8.7b zeigt, dass innerhalb des Nutzvolumens der beiden Magnete ($-60 \text{ mm} \leq z \leq 60 \text{ mm}$) der Aubert-Magnet ein homogeneres Magnetfeld mit weniger Radialanteilen als der Elektromagnet besitzt. Dies wirkt sich positiv auf die Abtrenneffizienz der HGMS mit vorgegebener longitudinaler Draht-Strömung-Feld Orientierung aus. Dennoch ist die axiale, magnetische Flussdichte am Rand des Aubert-Magneten etwas geringer als beim Elektromagneten. Folglich ist anzunehmen, dass diese zwei Effekte sich gegenseitig aufwiegen und die Abtrenneffizienz gleich ist. Die nachfolgenden Experimente mit der Magnetzentrifuge bestätigen dies.

Der folgende Abschnitt stellt zwei Versuchsreihen mit der Magnetzentrifuge vor, die jeweils entweder den Aubert-Magneten oder den Elektromagneten verwenden. Die Versuchsanordnung der Magnetzentrifuge mit dem Aubert-Magneten in Rückspülposition ist in Abb. 8.8a dargestellt. Die Magnetflussdichte im Zentrum der beiden Magnete beträgt $0,23 \text{ T}$ und der Verlauf entlang der Achse im Zentrum und am Rand kann Abb. 8.7 entnommen werden.



(a) Labormagnetzentrifuge mit Aubert-Magnet, der sich in der Rückspülposition befindet. In dieser Position ist das Magnetfeld innerhalb der Zentrifuge vernachlässigbar.



(b) Prinzip der Magnetzentrifuge.

Abb. 8.8 Aufbau und Prinzip der Magnetzentrifuge.

Das Prinzip der Magnetzentrifuge ist in Abb. 8.8b dargestellt. Die in einem Rührbehälter vorgelegte Feedsuspension wird oben in die Zentrifuge hinbefördert, die Partikel lagern sich an einer sternförmigen ferromagnetischen Matrix ab, von wo sie durch Zentrifugalkräfte an den Zentrifugenrand transportiert werden. Die gereinigte Flüssigkeit verlässt die Abtrennkammer durch den Zentrifugenboden. Das Volumen des Abtrennapparats beträgt 1 l und der Volumenstrom variiert zwischen 16 und 140 l/h. Die verwendeten Partikel sind ferromagnetische Silicamikropartikel, die eine Sättigungsmagnetisierung von $55 \text{ A m}^2/\text{kg}$ besitzen. Sie sind in vollentsalztem Wasser suspendiert und die Unfiltratkonzentration beträgt 2 g/l . Die Konzentrationsbestimmung erfolgt gravimetrisch, wie im Abschnitt 3.1.1 beschrieben. Abbildung 8.9 zeigt, dass die Abtrenneffizienz E mit der Verweilzeit τ erwartungsgemäß zunimmt. Die Verweilzeit ist das Verhältnis von Abtrennkammervolumen V zu Volumenstrom \dot{V} .

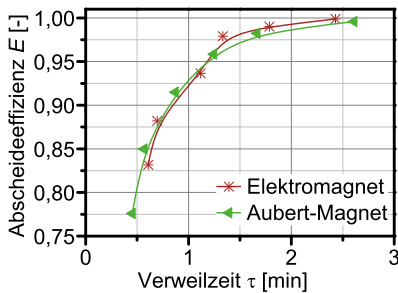


Abb. 8.9 Abtrenneffizienz der Labormagnetzentrifuge bei Verwendung des Elektromagneten oder Aubert-Magneten mit identischer Magnetflussdichte im Zentrum $B_z(x=0, y=0, z=0) = 0,23 \text{ T}$.

Es ist ein geringer Unterschied zwischen beiden Magneten zu erkennen, der auf die Messunsicherheit bei der gravimetrischen Konzentrationsbestimmung von Unfiltrat und Filtrat zurückzuführen ist. Demnach zeigen beide Abtrennkurven eine gute Übereinstimmung. Die Daten ergeben, dass der Aubert-Magnet sich zur Magnetseparation eignet und den teuren Elektromagneten ersetzen kann.

8.4 Zusammenfassung

Die Aubert-Konfiguration weist, wie der Mandhala-Magnet, einige sehr günstige Merkmale für den Einsatz magnetischer Separationsanlagen in großtechnischem Maßstab auf. Der Magnet braucht keine Stromversorgung. Er ist leicht, kompakt und seine Magnetflussdichte reicht zur magnetischen Trennung aus. Außerdem bietet sich das Konzept für einen Batchprozess an, bei dem eine horizontal oder vertikal bewegliche Separationszelle vorhanden ist, ebenso wie für einen kontinuierlichen Prozess mit Hilfe einer magnetisch verstärkten Zentrifuge mit seitlichem Partikelaustrag.

Teil III

Proteinaufreinigung aus Sojamilch im Pilotmaßstab

9 Untersuchung des Betriebsverhaltens im Pilotmaßstab

Das vorliegende Kapitel zeigt Betriebsversuche mit dem HGMS Filter im Pilotmaßstab. Er ist für den Einsatz zur Aufreinigung von Sojamilch-Protein (BBI: Bowman-Birk Inhibitor) mit Hilfe funktionalisierter magnetischer Partikeln konzipiert. Im Prozess findet wiederholt die magnetische Trennung und Resuspendierung der Partikel in verschiedenen Flüssigkeiten statt. Das erste Bewertungskriterium für die Eignung der neuen Separationszelle ist die Trennleistung, das zweite das Waschverhalten. Die Beurteilung findet an einem Modell aus Wasser und Magnetteilchen statt. Die Charakterisierung der Proteinaufreinigung aus Sojamilch erfolgt im Hinblick auf den Protein- und den Saccharosegehalt der Prozesszu- und -abflüsse.

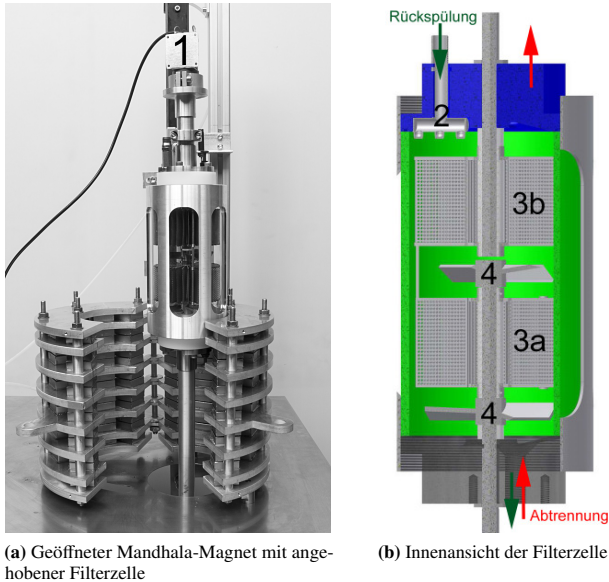
9.1 Pilotanlage

Die Anströmfläche der Pilotanlage ist gegenüber der Labor-HGMS um den Faktor 8 (Labor-HGMS Innendurchmesser 3,5 cm, Pilot-HGMS Innendurchmesser 10 cm) vergrößert und der in Kapitel 7 beschriebene Mandhala-Magnet stand zur Verfügung. Ziel ist es, die Filterzelle hinsichtlich der Rückspülbarkeit zu optimieren. Die Filterzelle ist daher mit zwei drehbaren Drahtmatrizen, zwei Rührern mit im 45° Winkel angestellten Blättern und einer Anordnung von Sprühdüsen unterhalb der Oberkante der Filterzelle ausgestattet.

Die in Abb. 9.1 dargestellte Filterzelle besitzt einen Innendurchmesser von 100 mm und eine Höhe von 160 mm. Die Zelle besteht aus Glas, um den Waschprozess beobachten zu können. Eine Düse (Abb. 9.1b, 2), die als horizontale Kapillare mit drei flachen Strahleinsätzen ausgeführt ist, befindet sich an der Filterzellenoberseite; sie spritzt die Waschflüssigkeit ein. Die beiden seitlichen Einsätze weisen einen Sprühwinkel von 30° mit einem Volumenstrom von 1 l/min bei 2 bar Flüssigkeitsdruck auf (Flachstrahleinsatz von Lechler GmbH, AV 634.402 17). Der mittlere Einsatz der Kapillare hat einen Sprühwinkel von 120° und einen Volumenstrom von 0,63 l/min bei 2 bar Flüssigkeitsdruck (Flachstrahleinsatz AV 634.367 17).

Die Matrizen (Abb. 9.1b, 3a und 3b) sind 50 mm hoch und können von einem Motor gedreht werden (Abb. 9.1a, 1). Sie bestehen aus magnetisierbarem Edelstahl (X6 Cr 17, 1.4016; AISI 430) in Form sternförmig angeordneter Drahtgitter. Das grobe Gitternetz (Abb. 9.1b, 3a) besitzt den Drahtdurchmesser 0,4 mm und die Maschenweite 1 mm. Die feine Matrix (Abb. 9.1b, 3b) besteht aus Maschendraht mit dem Drahtdurchmesser 0,25 mm und der Maschenweite 0,375 mm. Die Ablösung der Partikel wird durch zwei Rührerelemente

(Abb. 9.1b, 4) mit jeweils vier geneigten Rührblättern unterstützt. Sie drehen sich unabhängig von den Matrizen und sind gegenüber der Rührerachse um 45° nach links (Ansicht wie in Abb. 9.1b) abgewinkelt. Die Rührerform gilt als Mischströmungsturbine, da sie Geschwindigkeitskomponenten in axialer ebenso wie in radialer Richtung aufweist [64].



(a) Geöffneter Mandhala-Magnet mit angegebener Filterzelle

(b) Innenansicht der Filterzelle

Abb. 9.1 Dipolarer, transversaler Mandhala-Magnet und innenliegende Trennzelle, die mit Rührmotoren (1) oben und unten ausgestattet ist. Die Motoren drehen die beiden sternförmigen Matrixelemente (3a, 3b) und die Rührerelemente (4) mit vier geneigten Rührblättern unabhängig voneinander. Die Waschflüssigkeitszugabe erfolgt impulsweise durch eine Düse (2). Sie besteht aus drei Flachstrahlensätzen, die in eine horizontale Kapillare eingesetzt sind.

Eine pneumatische Hebevorrichtung bewegt die Filterzelle in senkrechter Richtung in das Magnetfeld hinein und aus diesem heraus. Selbstverständlich befindet sich während des Filtrationsvorgangs die Zelle innerhalb des Hohlraums des Mandhala-Magneteten. Zum Waschen wird sie aus dem Magnetfeld entfernt. Obwohl die wirksamen Kräfte so niedrig sind, dass sich der Magnet einfach von Hand teilen, öffnen und wieder schließen lässt, ist zur leichteren Handhabung ein Druckkolben für die Trennung der beiden Hälften eingebaut.

Versuchsaufbau und -durchführung

Der Versuchsaufbau in Abb. 9.2 besteht aus einem gerührten Vorlagebehälter (Abb. 9.2, 1), einer peristaltischen Pumpe (Abb. 9.2, 2), dem entwickelten HGMS-Gerät im Mandhala-

Magneten (Abb. 9.2, 3) und einem Sammelbehälter für das Filtrat (Abb. 9.2, 4). Das Unfiltrat tritt unten in die Trennzelle ein und oben als Filtrat aus. Die Filterzelle sammelt Partikel, bis die Matrix gesättigt ist. Nach dem Trennvorgang entfernt man die Filterzelle aus dem Magneten und wäscht die Partikel aus. Ein Druckbehälter (Abb. 9.2, 5) enthält die Waschflüssigkeit. Ein 2/2-Wege-Magnetventil (Bürkert GmbH, Typ 0330 mit Zeitsteuerung 1078) lässt die Strömung mit einer einstellbaren Folgefrequenz (*PRF*, englisch für pulse repetition frequency) und Ventilöffnungszeit t_s pulsieren. Die Impulsfolgefrequenz ist der Kehrwert der Zeit zwischen den Impulsen T .

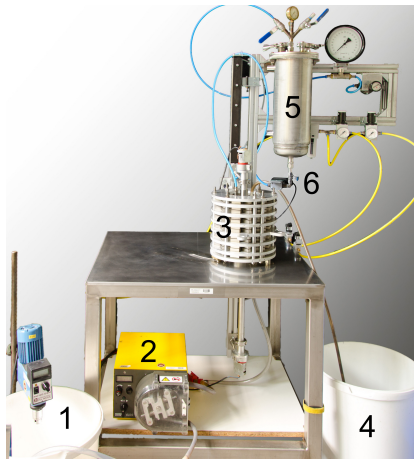


Abb. 9.2 Versuchsanordnung mit gerührtem Vorlagebehälter (1), peristaltischer Pumpe (2), dem entwickelten HGMS-Gerät im Mandhala-Magneten (3) und einem Sammelbehälter für das Filtrat (4). Die Rückspülung erfolgt im Impulsbetrieb mit einem Druckbehälter (5) und einem programmierbaren 2/2-Wege-Ventil (6).

9.2 Partikelverlust

Eine möglichst hohe Abtrenneffizienz der Magnetträgerpartikel im HGMS Apparat verhindert Partikelverlust und senkt dadurch Material- und Prozesskosten. Diese Kosten treten durch die Zugabe frische Partikel in den Eduktstrom sowie die zusätzlich notwendige Reinigung des Produktstroms auf. Der Partikelverlust ist daher ein wichtiges Kriterium, welches zeigt, ob der Abtrennapparat gemeinsam mit den Partikeln sowohl technisch als auch wirtschaftlich erfolgreich einsetzbar sind. Um die maximale Produktivität erreichen zu können, ist es wichtig, die höchste Zuflussgeschwindigkeit bei wirtschaftlich noch zu rechtfertigendem Partikelverlust zu bestimmen.

9.2.1 Durchführung

Die Versuche finden bei Volumenströmen von 20, 50, 70, 100, 150 und 200 l/h statt; das entspricht Zuflussgeschwindigkeiten von 0,71 bis 7,07 mm/s. Die unfunktionalisierten Mag-Prep®-Silica-Partikel suspendiert man in vollentsalztem Wasser, das durch die Zugabe von

0,05 M NaH_2PO_4 und/oder 0,05 M NaH_2PO_4 einen pH-Wert von 7 aufweist. Vor der Einstellung der endgültigen Konzentration desagglomeriert ein Rotor-Stator-Dispersionsgerät T25 Ultra-Turrax® die Partikel in der Suspension 15 Minuten lang bei 8000 U/min. Die endgültige Zulauf suspension (Gesamtvolumen 10 l) weist eine Konzentration von 18 g/l auf und liegt in einem gerührten Behälter vor (Abb. 9.2, 1).

Die Analyse des Einsatzguts und des Filtrats erfolgt in gleichen Zeitabständen. Der relative Partikelverlust c_f/c_0 setzt die Massenkonzentration des Filtrats c_f in Beziehung zur Einsatzgutkonzentration c_0 . Zur Feststoffgehaltsbestimmung der hochkonzentrierten Einsatz- und Filtratsuspensionen eignet sich die gravimetrische Methode (Abschnitt 3.1.1).

Die Konzentration der verdünnten Filtratproben lässt sich offline mit Hilfe eines 90°-Streulicht-Absorptions-Trübungsmessers (Hach 2100P) bestimmen. Die Methode ist in Abschnitt 3.1.2 genauer erläutert.

9.2.2 Ergebnisse

Abbildung 9.3 zeigt den relativen Partikelverlust c_f/c_0 in Abhängigkeit von dem angefallenen Filtratvolumen V_f bei sechs verschiedenen Volumenströmen oder Strömungsgeschwindigkeiten. Wie erwartet, steigt der Partikelverlust mit zunehmendem Volumenstrom an.

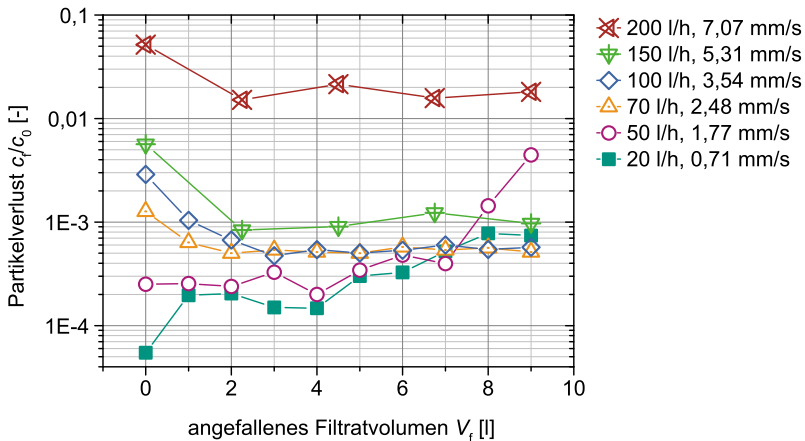


Abb. 9.3 Der Partikelverlust der MagPrep®-Silica steigt mit wachsendem Volumenstrom bzw. zunehmender Strömungsgeschwindigkeit an (Angaben siehe Legende). Die Eingangskonzentration beträgt ca. 18 g/l.

Im Durchflussleistungsbereich zwischen 20 l/h und 150 l/h beträgt der Partikelverlust weniger als 0,01: dies entspricht einer Trennleistung von über 99 %. Bei 200 l/h steigt der

Partikelverlust auf 0,02, und die Trennung geht auf 98 % zurück. Die Kurve zeigt, dass keine drastische Zunahme des Partikelverlustes (Durchbruch) eintritt. Die Filterkapazität beträgt also mindestens 160 g MagPrep®-Silica. Beim Einsatz im Produktionsprozess sollte ein online-Überwachungssystem, z. B. Trübungsmessung siehe Kapitel 3.1.2, am Ausgang der Filterkammer vorgesehen werden, um Partikelverluste zu vermeiden und um feststellen zu können, wann die Rückspülung notwendig ist.

9.2.3 Fazit

Die Versuche zeigen, dass die verwendeten MagPrep®-Silica Partikel im Pilot-HGMS sehr gut abtrennbar sind. Das Magnetfeld des Mandhala-Magneten ist mehr als ausreichend und der Aufbau eignet sich daher für den Einsatz zur Proteinabtrennung im Pilotmaßstab.

9.3 Das Rückspülverhalten

Das Rückspülverhalten der entwickelten HGMS-Zelle mit Mandhala-Magneten ist das zweite Kriterium zur Leistungsbeurteilung. Um Prozesszeit und -kosten einzusparen, lautet die Zielsetzung, die erforderliche Sauberkeit der Trennzelle mit möglichst wenig Waschflüssigkeit zu erreichen.

Im Pilotfilter sind Rührer und drehbare Separationsmatrizen vorgesehen. Sie können sich entweder jeweils einzeln oder gemeinsam im Uhrzeigersinn oder entgegen des Uhrzeigersinns drehen. Durch die Variation der Drehzahl und -richtung der Drahtmatrizen und Rührer ist der Einfluss auf den Partikelrückstand in der Trennkammer analysierbar. So ist es möglich, die bestmögliche Einstellung zu identifizieren.

Die Beobachtung des Strömungsbildes in der Filterkammer zielt darauf ab, die Auswirkungen der verschiedenen Parameter genauer zu untersuchen. Die Analyse berücksichtigt den Drehsinn der Rührer und der Matrizen.

9.3.1 Durchführung

Die Filterbeladung erfolgt bei 100 l/h mit derselben Suspension, wie sie für die Trennleistungsversuche zur Anwendung kam. Die abgetrennte Partikelmasse m_{sep} berechnet sich aus der Partikelkonzentration des Filtrats und der des Unfiltrats sowie der Filtratmasse. Vor dem Waschen lässt man die verbliebene Flüssigkeit durch den Boden der HGMS-Zelle ablaufen. Währenddessen verbleibt der Filter zur Vermeidung von Partikelverlust innerhalb des Magnetfeldes. Anschließend erfolgt der chargenweise Waschvorgang, wobei man zuvor die HGMS-Zelle aus dem Mandhala-Magneten herausfährt, wie Abb. 9.4 zeigt.

Die Zufuhr der unter Druck stehenden Waschflüssigkeit (Wasser bei 2 bar, pH 7) erfolgt pulsweise an der Oberseite der HGMS-Zelle durch die Düse (siehe Abb. 9.1). Die Pulse werden durch das Ventil, das sich unterhalb des Waschmittelbehälters befindet, mit einer festgelegten Öffnungszeit $t_s = 0,35$ s und Schließzeit $T = 0,1$ s (Impulsfolgefrequenz PFR 2,2 Hz) erzeugt. Gleichzeitig drehen sich die Matrix bzw. die Rührer im oder entgegen des

Uhrzeigersinns. Das Ablassventil am Filterboden bleibt geschlossen, bis die HGMS-Zelle mit dem Volumen V_{cell} gefüllt ist. Dann stoppt der Zufluss, während die Matrizen und Rührer noch zwei Minuten lang weiter rotieren. Anschließend fließt die Suspension durch den Filterboden mit dem maximalen Volumenstrom von 200 l/h in einen Probenbehälter ab. Die Wiederholung dieses Waschschritts ($i = 1, 2, \dots, j$) dient der Reduzierung der verbleibenden Verunreinigung im Filter. Die verunreinigten Waschflüssigkeitscontainer beinhalten die Flüssigkeitsmasse $m_{susp,ws,i}$ und die Partikelkonzentration $c_{ws,i}$.

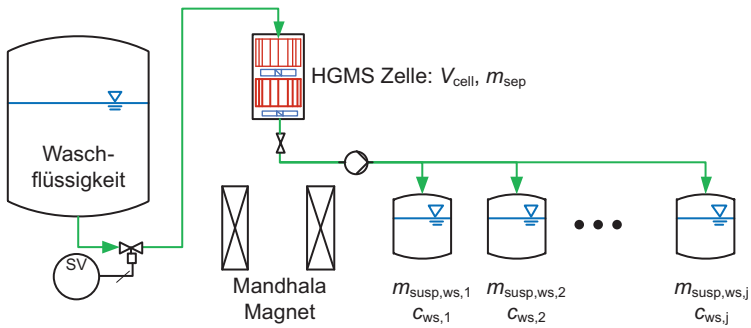


Abb. 9.4 Chargenweiser Waschvorgang. Die HGMS-Zelle ist dazu aus dem Mandhala-Magneten herausgefahren. Angabe des Zellenvolumens V_{cell} und der abgetrennten Partikelmasse m_{sep} . Die einzelnen verunreinigten Waschflüssigkeiten besitzen die Flüssigkeitsmasse $m_{susp,ws,i}$ und die Partikelkonzentration $c_{ws,i}$ mit $i = 1, 2, \dots, j$.

9.3.2 Versuchsergebnisse

Die Untersuchungsergebnisse zum Waschverhalten in Abhängigkeit von der Drehzahl bei alleiniger Verwendung der Matrizen oder der Rührer ist in Abb. 9.5 dargestellt. Beim gleichzeitigen Betrieb beider Elemente ergeben sich die Waschkurven, die in Abb. 9.6 gezeigt sind.

Das Diagramm in Abb. 9.5 zeigt die Waschkurven der Versuche mit zwei verschiedenen Drehzahlen der Matrix (100 U/min und 336 U/min) und bei höchster möglicher Rührergeschwindigkeit (171 U/min). Betrachtet man die Filterzelle von oben, so ist der Drehsinn durch das Zeichen + für Drehung im Uhrzeigersinn und das Zeichen – für die Drehung entgegen des Uhrzeigersinns festgelegt.

Die Versuchsergebnisse beim alleinigen Betrieb der Rührer (sowohl im Uhrzeigersinn als auch entgegengesetzt zu diesem) zeigen, dass der relative Rückstand nicht unter 0,4 liegt. Dies ist ein unbefriedigendes Ergebnis. Jedoch sind die Ergebnisse bei alleinigem Betrieb

der Matrix vielversprechend. So ist es möglich, den relativen Rückstand auf unter 0,7 zu reduzieren.

Es geht aus der Abbildung hervor, dass sich die Drehrichtung und -geschwindigkeit der Matrix auf den relativen Rückstand auswirkt. Der relative Rückstand verringert sich mit steigender Drehzahl. Die Drehung im Uhrzeigersinn erweist sich gegenüber der entgegengesetzten Drehrichtung als überlegen. Diese ersten beiden Versuche zeigen, dass der Einfluss des Drehsinns mit wachsender Drehzahl der Matrizen abnimmt.

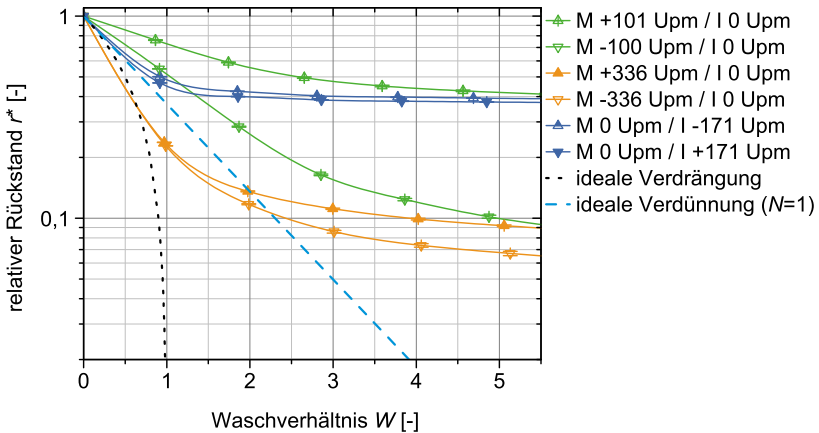


Abb. 9.5 Waschverhalten in Abhängigkeit von Drehzahl und Drehsinn der Matrizen (M) oder Rührer (I). Der Drehsinn ist durch die Vorzeichen + für Uhrzeigersinn und – für Gegenuhrzeigersinn festgelegt. Die idealen Verdrängungs- und Verdünnungsmodellkurven dienen als Vergleich.

Der Vergleich der Waschdiagramme in Abb. 9.5 und Abb. 9.6 zeigt, dass ein verbessertes Waschergebnis durch gleichzeitige Drehung von Matrizen und Rührern erreichbar ist. Die Drehung der Rührer im Uhrzeigersinn (I+) ist ungünstiger als die entgegen des Uhrzeigersinns (I-). Der Drehsinn der Matrizen hat hingegen keinen eindeutigen Einfluss auf die Waschkurve. Die gleichzeitige Drehung von Rührern und Matrizen erzeugt einen Gleichstrom oder einen Gegenstrom. Ein Gleichstrom tritt dann auf, wenn sich beide Elemente in derselben Richtung drehen, entgegengesetzte Drehrichtungen führen hingegen zu einem Gegenstrom.

Abbildung 9.6 zeigt, dass man mit negativer Drehrichtung der Rührer (I-) ein besseres Ergebnis erzielt als mit positivem Drehsinn (I+). Gleichzeitig ist feststellbar, dass der Gegenstrom gegenüber dem Gleichstrom überlegen ist.

Bei einem Vergleich der experimentell bestimmten Waschkurven in Abb. 9.5 und Abb. 9.6 mit den theoretischen Modellen sind zwei Effekte erkennbar. Einige Waschkurven liegen über der idealen Verdünnungs- und Verdrängungskurve, woraus hervorgeht, dass es

in der Filterzelle Stagnationszonen mit geringer Turbulenz gibt und das Waschergebnis ungenügend ist.

Andere Waschergebnisse gleichen der idealen Verdrängungskurve in dem ersten Teil ($W \leq 1$) und im zweiten Bereich ($1 < W \leq 3$). Dies ist ein gutes Waschverhalten. Wenn die Steigung der Kurve im zweiten Bereich ($1 < W \leq 3$) noch steiler verläuft als die der idealen Verdünnungskurve einer einzelnen Zelle des Mischzellenmodells ($N = 1$), ist dies eine weitere Verbesserung der Waschung. Es lässt sich daraus schließen, dass vermehrt Turbulenzen auftreten. Die Anpassung der experimentellen Daten an das theoretische Mischzellenmodell erfolgt durch Erhöhung der Mischzellenanzahl N .

Mit zunehmendem Waschverhältnis ($W > 3$) geht die Partikelablagerung an der Wand und den Trennmatrizen zurück. Das bedeutet, es liegt Diffusionslimitierung vor, wodurch die Steigung der Waschkurve immer weiter abnimmt.

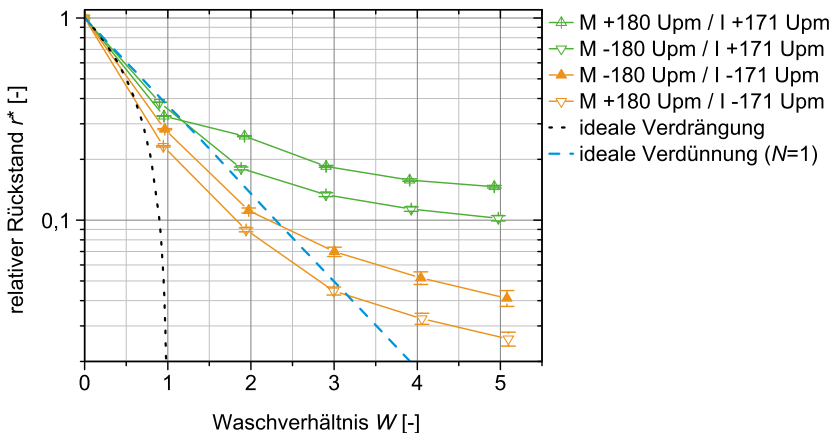


Abb. 9.6 Waschverhalten in Abhängigkeit von Drehzahl und Drehsinn der Matrizen (M) und Rührer (I). Der Drehsinn ist durch die Vorzeichen + für Uhrzeigersinn und – für Gegenuhrzeigersinn festgelegt. Die idealen Verdrängungs- und Verdünnungsmodellkurven dienen als Vergleich.

Die Waschergebnisse zeigen den Einfluss der Drehrichtung und Drehzahl von Rührer und Matrizen. Aus ihrem Vergleich mit den theoretischen Modellen geht hervor, dass das Ausmaß der erhöhten Turbulenz für die Qualität des Waschergebnisses verantwortlich ist. Die nachstehende Analyse dient der genaueren Erklärung der Strömungsverteilung und des -verhaltens.

9.3.3 Strömungsanalyse und Diskussion

Die Filterzelle verfügt über eine Glaswand, so dass das Strömungsbild von den im Wasser suspendierten Glaspartikeln sichtbar ist. Der nachfolgende Abschnitt enthält eine schematische Beschreibung der beobachteten Strömungsverhältnisse.

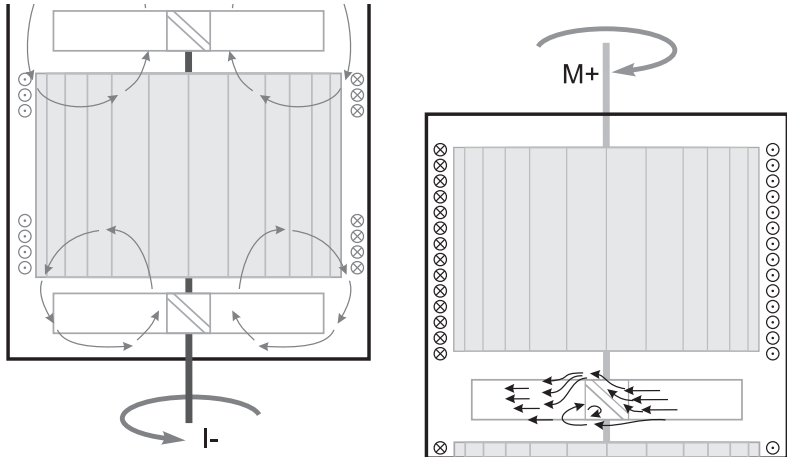
Nichtsimultaner Betrieb der Rührer und Matrizen

Abbildung 9.7 zeigt die optischen Beobachtungen der Strömung bei alleinig betriebenen Rührern oder Matrizen. Der Hauptunterschied liegt darin, dass die Strömung entweder axial nach oben oder nach unten gerichtet ist.

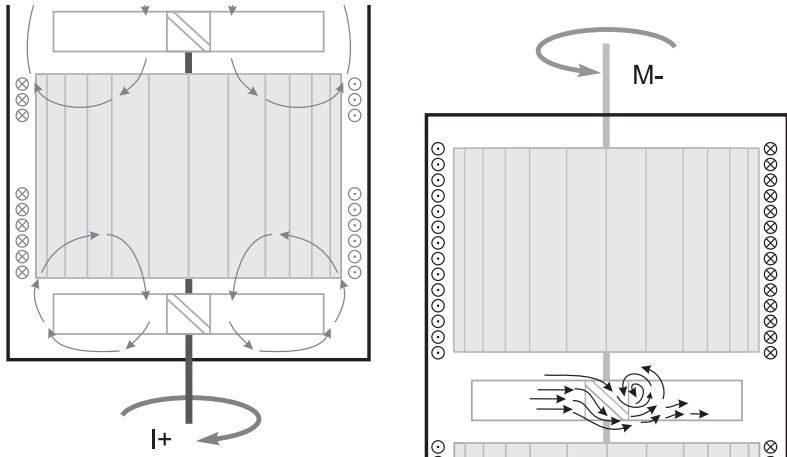
Wie aus der schematischen Darstellung hervorgeht, erzeugt die Rührerdrehung entgegen des Uhrzeigersinns (I-) in Abb. 9.7a (links) eine axiale Aufwärtsströmung, während die Rührerdrehung im Uhrzeigersinn (I+) in Abb. 9.7b (links) zu einer axialen Abwärtsströmung führt. Die Anwesenheit der Matrixelemente ergibt eine tangentiale Strömung, die hier durch Pfeile aus der bzw. in die Zeichnungsebene mit \odot bzw. \otimes gekennzeichnet ist.

Betriebs man ausschließlich die Matrix, so erzeugt sie zunächst eine tangentiale Strömung. Die Flüssigkeit rotiert und bildet eine Trombe, wenn die Drehzahl der Matrizen hoch genug ist. Die stillstehenden Rührer wirken als Strömungsstörer. Die Drehung der Matrizen im Uhrzeigersinn (M+), siehe Abb. 9.7a (rechts), bewirkt, dass die Hauptströmung über die Rührer verläuft und dann nach unten abfällt und so hinter den Schaufeln Wirbel erzeugt. Folglich ist die axiale Strömung nach oben gerichtet. Eine Drehung in entgegengesetzter Richtung (Drehung der Matrizen entgegen des Uhrzeigersinns (M-), siehe Abb. 9.7b (rechts)) führt dazu, dass die Hauptströmung unterhalb der angestellten Schaufeln verläuft. Eine turbulente Rückströmung entwickelt sich hinter den Rührschaufeln; aus dem Strömungsbild geht hervor, dass sich hier eine axiale Abwärtsströmung ausbildet.

Die für den Prozess geeignete axiale Strömungsrichtung hängt vom Dichteunterschied zwischen Partikel und Flüssigkeit ab: Eine axiale Aufwärtsströmung (I- oder M+, siehe Abb. 9.7a) fördert die Verteilung der schwebenden Partikel, während eine axiale Abwärtsströmung (I+ oder M-, siehe Abb. 9.7b) besonders die Resuspendierung der sich absetzenden Partikel fördert [64].



(a) Axiale Aufwärtsströmung: Drehung des Rührers entgegen des Uhrzeigersinns (I-) oder Drehung der Matrix im Uhrzeigersinn (M+).



(b) Axiale Abwärtsströmung: Drehung des Rührers im Uhrzeigersinn (I+) oder Drehung der Matrix entgegen des Uhrzeigersinns (M-).

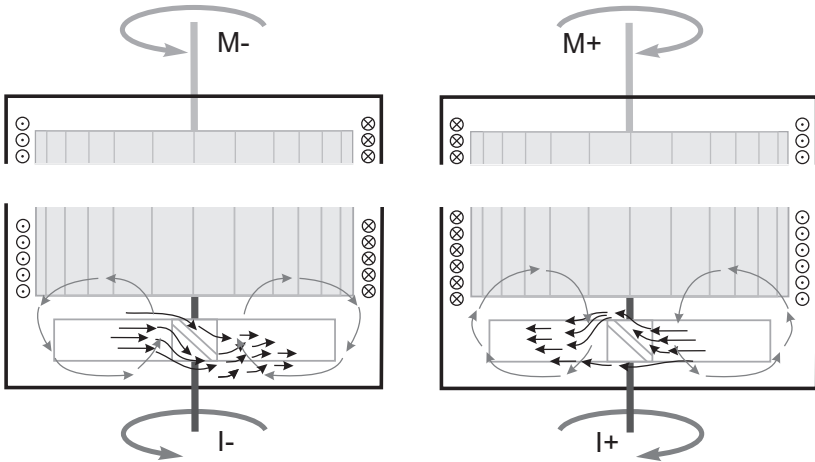
Abb. 9.7 Strömungsbilder bei Betrieb der Rührer oder der Matrizen. Die Drehrichtung beeinflusst die axiale Strömungsrichtung. Die stillstehenden Rührer dienen als Strömungsstörer. Die Pfeilrichtung in die Zeichnungsebene hinein ist mit \otimes gekennzeichnet, die entgegengesetzte Richtung zeigt das Symbol \ominus an.

Simultaner Betrieb von Rührer und Matrizen

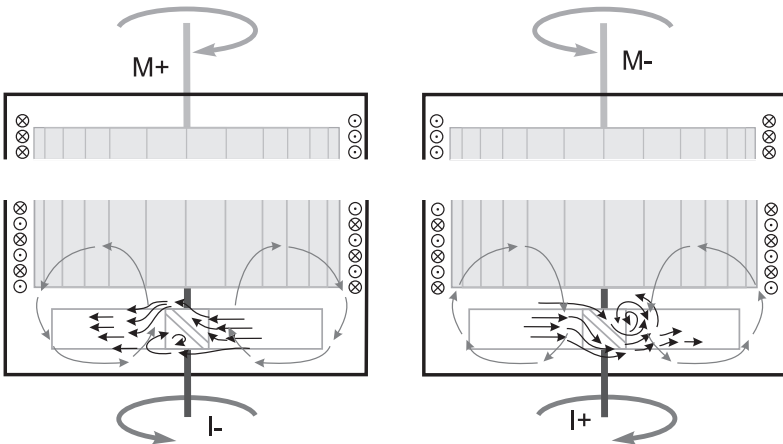
Der gleichzeitige Betrieb von Matrix und Rührer lässt sich in Gleichstrom- (siehe Abb. 9.8a) und Gegenstrombetrieb (siehe Abb. 9.8b) unterteilen. Die nachfolgenden Abschnitte stellen beide Betriebsweisen einander gegenüber.

Wie in Abb. 9.8a dargestellt, bewirkt die Gleichstromdrehung von Matrix und Rührer den Rückgang der axialen Zirkulation, d. h. die Flüssigkeit bewegt sich hauptsächlich radial und tangential. Die Relativgeschwindigkeit zwischen den Drehelementen ist verantwortlich für die Reduzierung der axialen Zirkulation. Bei etwa gleicher Drehzahl wirken die angestellten Rührschaufeln nicht als Strömungsstörer, sondern beschleunigen die Drehung der Flüssigkeitsstrombe. Das Strömungsbild zeigt weniger Wirbel; folglich sind die Scherkräfte niedrig und die Waschergebnisse schlecht.

Bei Gegenstromdrehung von Rührer und Matrizen, siehe Abb. 9.8b, tritt der Strömungsstöreffekt der Rührer im Vergleich zur alleinigen Drehung der Matrix verstärkt auf. Die erhöhte Turbulenz führt zu Scherkräften, die die Ablösung der Partikel von den Matrizen fördert, so dass der Waschvorgang erfolgreicher abläuft. In beiden Fällen gilt, dass die Drehrichtung der angestellten Rührschaufeln die axiale Strömungsrichtung bestimmt: Eine axiale Aufwärtsströmung entsteht, wenn die Rührer sich gegen den Uhrzeigersinn drehen, während sich eine axiale Abwärtsströmung bei Rührerdrehung im Uhrzeigersinn ausbildet.



(a) Gleichstromdrehung bewirkt, dass sich die axiale Aufwärtsströmung mit den Effekten einer axialen Abwärtsströmung überlagert. Axiale Aufwärtsströmung wird links durch die Matrixdrehung (M-) und rechts durch die Impellerdrehung (I+) hervorgerufen. Gleichzeitig bewirkt links die Rührerdrehung (M+) und rechts die Impellerdrehung (I-) eine axiale Abwärtsströmung.



(b) Durch Gegenstromdrehung wird entweder die axiale Aufwärtsströmung (M+/I-) oder die axiale Abwärtsströmung (M-/I+) verstärkt.

Abb. 9.8 Strömungsbilder bei gleichzeitigem Betrieb von Matrix und Rührern.

9.3.4 Fazit

Die Strömungsbeobachtungen in Abb. 9.7 und Abb. 9.8 entsprechen den Versuchsergebnissen in Abb. 9.5 und Abb. 9.6. Die Analyse zeigt, dass bei Gegenstromdrehung mehr Turbulenzen entstehen als bei Gleichstromdrehung, sodass damit die besten Waschergebnisse erreichbar sind. Die vorliegende axiale Strömungsrichtung ist in der Abb. 9.5 und der Abb. 9.6 durch die Richtung der Dreieckssymbole dargestellt. Die nach unten gerichteten Symbole stehen für axiale Abwärtsströmung, während die nach oben gerichteten Dreieckszeichen eine axiale Aufwärtsströmung symbolisieren. In der vorliegenden Arbeit ist die Dichte der verwendeten Partikel höher als die der Flüssigkeit. Wie bei sich absetzenden Teilchen zu erwarten, ist die axiale Abwärtsströmung daher effizienter als die Aufwärtsströmung.

9.4 Sojamolkenprotein-Aufreinigung

Die vorliegende Arbeit zeigt den Versuch, BBI aus Sojamolke mit Hilfe von wirtschaftlich arbeitenden magnetischen Anionenaustauscherpartikeln aufzureinigen. Sie überprüft zudem, ob es von Vorteil ist, eine zusätzliche Behandlung mit Waschpuffer vor der Elution durchzuführen, um dadurch Restzucker zu entfernen.

9.4.1 Durchführung

Es stand OricaWatercare MIEX[®] DOC-Granulat in ausreichenden Mengen für großtechnische Versuche zur Verfügung. Die Orica-MIEX[®]-DOC-Partikel ($m_p = 110$ g) werden in einer wässrigen Flüssigkeit mit 20 % Ethanol aufbewahrt. SOLAE Dänemark hat gefrorene natürliche und vorbehandelte Sojamolke zur Verfügung gestellt (Charge: 20121022-001EE).

Sojamolke-Vorbehandlung

Die Vorbehandlung dient der Entfernung störender Komponenten aus der Sojamolke und soll so die anschließende Aufreinigung erleichtern. Sie beinhaltet eine Wärmebehandlung bei 80 °C und die Entfernung der Kationen-Proteinkomponenten mit 1 g/l LiChroprep[®]-Si60-Granulat der Fa. Merck KGaA (Adsorptionszeit 15 min). Die Silicapartikel und Prezipitate trennt man durch Dekanterzentrifugation ab. Zur weiteren Entfernung von Feinstoffen und Mikroorganismen ist anschließend ein Filtrierschritt (0,2 μ m) notwendig. Schließlich findet die Konservierung der vorbehandelten Sojamolke mit Proclin[®] statt. Die Vorbehandlungsprozedur wird bei SOLAE in Dänemark durchgeführt.

Prozessbeschreibung

Das in den Versuchen angewandte Standardverfahren (standard operating procedure: SOP) zeigt Abb. 9.9.

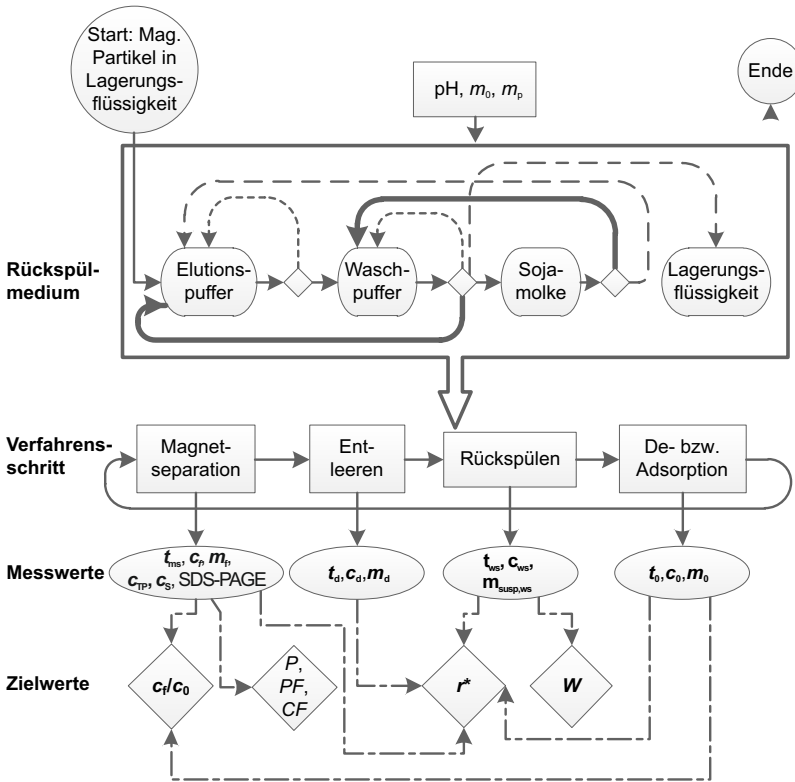


Abb. 9.9 Schema des Standardversuchsverfahrens (SOP, engl. für standard operation procedure).

Man geht von Magnetpartikeln aus, die in der Lagerungsflüssigkeit vorliegen. Zunächst müssen mögliche Rückstände von den Partikeloberflächen eluiert werden. Dann wäscht man die Magnetteilchen und überführt sie in die Sojamolke. Dazu gehören folgende Arbeitsschritte:

- 1) Überführung der Partikel in ca. 2 l Eluierungspuffer (Flüssigkeitsmenge $m_0 = 2$ kg: 20 mM Tris-HCl @ pH 7 und 1 M NaCl),
- 2) Überführung der Partikel in ca. 2 l Waschpuffer ($m_0 = 2$ kg: 20 mM Tris-HCl @ pH 7) und
- 3) Übertragung in ca. 5,5 l vorbehandelte Sojamolke ($m_0 = 5,5$ kg: $c_0 = 20$ g/l). Der pH-Wert ist mit Hilfe von 2 M HCl oder NaCl auf 7 eingestellt.

Jede Überführung umfasst die Entfernung des Überstands, die Entleerung der Trennzelle, die erneute Suspendierung und die Einstellung des Gleichgewichts. Die Entfernung des Überstands erfolgt mittels magnetischer Trennung. Der Volumenstrom durch die Magnetfilterzelle beträgt 50 l/h, was 1,77 mm/s ungestörter Durchflussgeschwindigkeit entspricht. Die erneute Suspendierung entweder mit der Waschlösung, dem Eluierungspuffer oder mit Sojamolke erfolgt im Waschschrift. Hierzu laufen Matrix und Rührer im Gegenstrom (M +180 Upm/ I: -171 Upm), was sich als besonders effizient erwiesen hat (siehe Abschnitt 9.3). Das Waschverhältnis liegt bei 1,7, wenn 2 l Waschlösung oder Eluierungspuffer eingesetzt wird bzw. bei 4,5, wenn 5,5 l Sojamolke verwendet wird. Dann beträgt der relative Rückstand weniger als 0,15 bzw. 0,03. Im Anschluss daran findet innerhalb von 10 min die Adsorption bzw. Desorption der Moleküle an bzw. von der Partikeloberfläche statt. Die Einstellung des Gleichgewichts ist aufgrund der porösen Orica-MIEX[®]-DOC-Partikel diffusionslimitiert und daher zeitaufwendig.

Das gebundene Zielprotein wird durch (Mehrfach-) Eluierung abgetrennt. Abb. 9.9 zeigt, dass eine (Mehrfach-) Behandlung mit Waschlösung vorgeschaltet werden kann, um Rückstände zu entfernen. Nach abgeschlossener Reinigung werden die Partikel in die Aufbewahrungslösung übertragen und bei 6 °C aufbewahrt.

Die Versuche zur Feststellung der Systemleistung in Abschnitt 9.2 und 9.3 beinhalten die Messung und Auswertung der fettgedruckten Größen im SOP in Abb. 9.9. Bei den Aufreinigungsexperimenten findet die Bestimmung des Gesamtproteins c_{TP} und des Zuckergehalts c_S statt. Durch die Auswertung der SDS-PAGE ist die Reinheit des Zielproteins P , der Reinigungsfaktors PF und der Konzentrationsfaktor CF für das Zielprotein feststellbar. Die Methoden zur Bestimmung dieser Größen sind in Abschnitt 3.3 beschrieben.

9.4.2 Ergebnisse der Proteinaufreinigung und Diskussion

Der erste Versuch zur Aufreinigung umfasste lediglich Adsorption und Elution. Die nachfolgenden Versuche überprüfen, ob zusätzliches Waschen der Partikel vor dem Eluieren der Zielmoleküle vorteilhaft ist. Es wird untersucht, ob ein mehrstufiger Waschprozess und im Anschluss daran ein mehrstufiger Elutionsprozess das Endprodukt im Hinblick auf Entfernung von Restprotein und Zuckerrückstand optimieren.

Aufreinigung ohne Waschschrift

Der Versuch wurde nach dem Standardverfahren (SOP) in Abb. 9.9 mit Orica MIEX[®] DOC-Partikeln und vorbehandelter Sojamolke durchgeführt. Der Elektrophoresescan, siehe Abb. 9.10, verfolgt den Aufreinigungsprozess und ermöglicht eine Beurteilung der Reinheit, des Reinigungsfaktors und des Konzentrationsfaktors.

Die Analyse ergibt, dass die vorbehandelte Sojamolke (L1) neben dem Zielprotein BBI, das bei 12 kDa auftritt, verschiedene Verunreinigungen (z. B. den Kunitz Inhibitor KI bei 21 kDa) enthält. Aufgrund der Vorbehandlung beträgt die Reinheit 50 %.

Die nicht gebundene Fraktion (L2) enthält alle Proteine, die nicht an die Partikel gebunden

sind. Der Streifen zeigt, dass BBI verloren geht und dass die Proteine > 30 kDa abgetrennt sind.

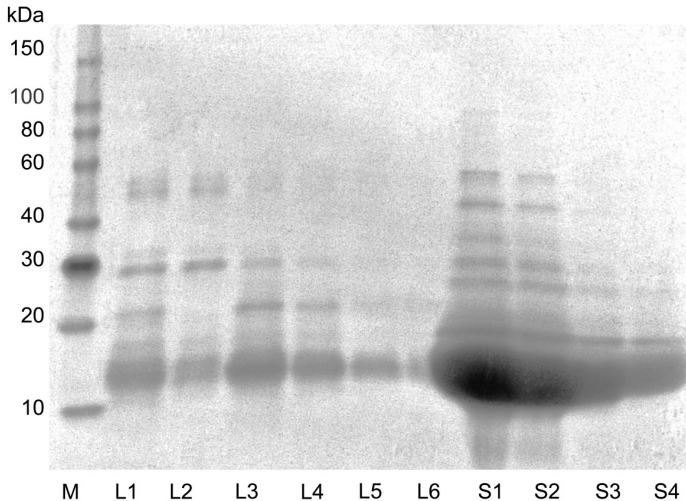


Abb. 9.10 Beobachtung der Aufreinigung mittels SDS-PAGE.

M: Marker, L1: vorbehandelte Sojamilke (Einsatzgut), L2: ungebunden (Filtrat), L3: Eluat, L4: verdünntes Eluat 1:1, L5: verdünntes Eluat 1:2, L6: verdünntes Eluat 1:4, S1-S4: BBI-Standard in verschiedenen Konzentrationen, S1: 0,2 g/l, S2: 0,1 g/l, S3: 0,05 g/l, S4: 0,025 g/l.

Das Eluat im Streifen L3 enthält immer noch KI und andere Proteine, die größer als 30 kDa sind; seine Reinheit beträgt 65 %, was einem Reinigungsfaktor von 1,3 entspricht. Der Eluat-Konzentrationsfaktor an BBI von 1,5 zeigt, dass das Zielprotein konzentriert worden ist.

Zusätzlich findet die Verdünnung des Eluats mit destilliertem Wasser im Verhältnis von (1:1), (1:2), (1:4) (L4-L6) statt. Die Verdünnung dient der Konzentrationskontrolle. Der Konzentrationsfaktor von L4 wird auf 0,7 halbiert und für L5 auf 0,4 geviertelt. Je stärker das Eluat verdünnt wird, umso mehr steigt die scheinbare Reinheit. L6 kann wegen der Überlappung der Bande S1 nicht beurteilt werden. Der BBI-Standard zeigt Reste verschiedener anderer Proteine, wie in den Banden S1-S4 zu erkennen ist; seine Reinheit liegt bei 45 % - 85 %. Die Banden L3 und S4 weisen denselben Konzentrationsfaktor auf, doch ist die Reinheit des BBI-Standards 20 % höher als die des Eluats.

Neben der SDS-PAGE Analyse charakterisieren die Gesamtproteinkonzentration und der Saccharosegehalt den Aufreinigungsprozess. Die Ergebnisse sind in Tabelle 9.1 (PST) zusammengefasst.

Tabelle 9.1 Zusammenfassung der Aufreinigung bei Verwendung der vorbehandelten Sojamolke. Der Prozess besteht aus Adsorption, magnetischer Trennung der ungebundenen Proteine, Desorption im Elutionspuffer und magnetischer Trennung zur Rückgewinnung der magnetischen Partikel.

	Gesamteinprotein ²	Saccharose ³	Reinheit ⁴	Aufreinigungsfaktor ⁴	Aufkonzentrationsfaktor ⁴
	c_{TP}	c_S	P	PF	CF
	[g/l]	[g/l]	[%]	[-]	[-]
L1: vorbehandelte Sojamolke	1,958	12,05	50	1	1
L2: ungebundenes Filtrat	0,952	10,51	30	0,6	0,5
L3: Eluat	1,405	2,23	65	1,3	1,5
L4: Eluat (1:1 Verd.)	n. b.	n. b.	64	1,3	0,7
L5: Eluat (1:2 Verd.)	n. b.	n. b.	78	1,6	0,4
S1: BBI Std. (0,2 g/l)	n. b.	n. b.	45	0,9	11,8
S2: BBI Std. (0,1 g/l)	n. b.	n. b.	60	1,2	5,9
S3: BBI Std. (0,05 g/l)	n. b.	n. b.	81	1,6	3
S4: BBI Std. (0,025 g/l)	n. b.	n. b.	85	1,7	1,5

n. b.: nicht bestimmt

Die vorbehandelte Sojamolke (5,5 l) enthält 1,958 g/l Gesamtprotein, der Überstand (nicht gebunden, ca. 5,5 l) enthält 0,952 g/l Protein, und das gereinigte Eluat (ca. 2 l) enthält 1,405 g/l Protein. Wie erwartet, ergibt die Zuckeranalyse, dass der Gehalt an D-Glucose und D-Fruktose unter der Nachweisgrenze liegt. Der Saccharosegehalt der vorbehandelten Sojamolke beträgt 12,05 g/l. Obwohl rund 87 % des Saccharosegehalts mit der nicht gebundenen Fraktion abgetrennt werden, verbleibt ein Rückstand von 7 % im Eluat. Aus der Massenbilanz geht hervor, dass Protein und Saccharose bei der Trennung verloren gehen. Die Ursache dafür ist auf die Vernachlässigung des Rückstands an Protein- und Saccharosemolekülen zurückzuführen. Zudem bleiben nach der Elution Moleküle an der Oberfläche der Magneteilchen haften.

Der Versuch ergibt, dass zwar gewisse Aufreinigung stattfindet, jedoch ist die selektive Trennung des Proteins aufgrund der einfachen Partikeloberflächenmodifizierung mit

²Proteinkonzentration mittels BCA-Analyse an BSA (0-2 mg/ml) als Standardprotein bestimmt, siehe Abschnitt 3.3.2.

³Saccharosegehalt bestimmt wie in Abschnitt 3.3.3 beschrieben.

⁴Reinheit P , Aufreinigungsfaktor PF and Aufkonzentrationsfaktor CF des Zielproteins (BBI bei ca. 12 kDa) gemessen wie in Abschnitt 3.3.4 beschrieben.

Anionenaustauscherguppen nicht möglich. Der Mangel an bezahlbaren Partikeln, die BBI selektiv binden, ist deshalb das größte Hindernis in diesem Prozess. Der Verlust von Protein und Saccharose ist möglicherweise durch die verbesserte Waschung der Partikel reduzierbar.

Optimierung der Aufreinigung

Die folgenden Versuche untersuchen den Einfluss wiederholter Wasch- und Eluierungsvorgänge. Es kommt unbehandelte Sojamilke zum Einsatz, da keine weiteren Vorräte an vorbehandelter Sojamilke vorhanden sind. Der erste Versuch „Ohne Waschschrift“ ist eine Wiederholung des im letzten Abschnitt beschriebenen Versuchs; er enthält keinen Waschvorgang und nur einen Elutionsschritt. Der zweite Versuch, „ein Waschschrift“, enthält einen Waschschrift und drei Elutionsvorgänge. Bei der dritten Untersuchung, „zwei Waschschrift“, erfolgt die zweimalige Waschung der Partikel, bevor sie dreimal eluiert werden.

In Abb. 9.11 sind die Ergebnisse der drei Versuche zusammengefasst. Das Diagramm stellt den relativen Verlust bzw. die relative Zunahme an Gesamtprotein (BCA-Analyse) und den prozentualen Saccharosegehalt der Zu- und Abflüsse des Prozesses dar. Die Werte sind jeweils auf den Protein- bzw. Saccharosegehalt der unbehandelten Sojamilke bezogen.

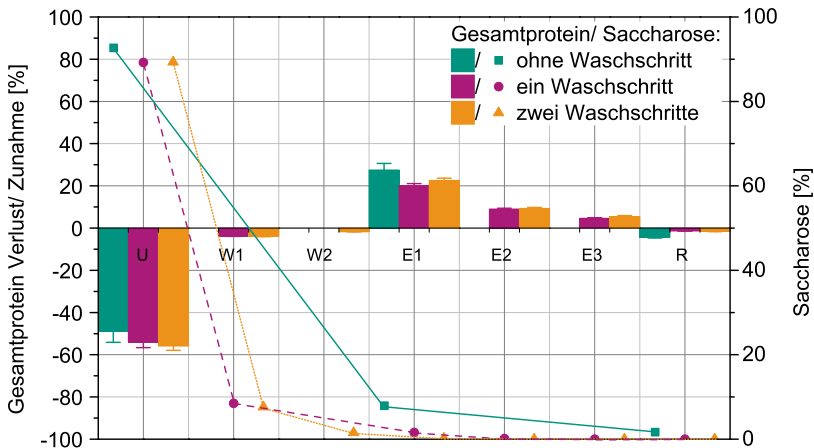


Abb. 9.11 Relativer Gesamtproteinverlust bzw. -zunahme (BCA-Analyse) und prozentualer Saccharosegehalt der Prozessflüssigkeiten. Die Angaben beziehen die jeweils vorliegende Konzentration auf den Gehalt in unbehandelter Sojamilke.

U: Filtrat der magnetischen Trennung (5,5l ungebundene Sojamilke), W1/2: Waschschrift 1 und 2 mit je 2l Waschlösung, E1/2/3: Elutionsschritte 1, 2 und 3 mit 2l Elutionslösung R: Regenerierung mit 2l Waschlösung.

Die nicht gebundene Fraktion (U) enthält 48,8 % bis 55,9 % Gesamtprotein² und 89,2 % bis 92,7 % Saccharose³ im Vergleich zur unbehandelten Sojamolke. Das Eluat (E1) des „ohne Waschschrift“-Experiments beinhaltet 8 % Saccharose bei einer maximalen Proteinausbeute von $(27,5 \pm 3,1) \%$. Beide Werte stimmen gut mit den Ergebnissen in Abschnitt 9.4.2 überein. Bei „ein Waschschrift“ und „zwei Waschschriften“ beträgt der Gesamtproteinverlust im Waschschrift 1 (W1) ca. 4 %. Er geht im Waschschrift 2 (W2) weiter auf $(1,7 \pm 0,04) \%$ zurück. Gleichzeitig sinkt der Saccharosegehalt auf 8 % (W1) und bei wiederholten Waschgängen auf 1,5 % (W2).

Im Anschluss daran liegt der Proteingehalt im Eluat E1 über 20 %, also nur knapp unter dem „ohne Waschschrift“-Versuch. Kompensiert wird das durch die zusätzliche Proteinausbeute in den Elutionsschritten E2 (10 %) und E3 (5 %). Außerdem wird der Saccharosegehalt in allen Eluatfraktionen auf weniger als 3 % minimiert.

Der Regenerierungsschritt (R) behandelt die Partikel mit Waschpuffer, um ihre Oberfläche mit Anionen aufzuladen und sie für den nächsten Bindungsschritt vorzubereiten. Beide Analysen zeigen, dass in dem Überstand der Waschpufferflüssigkeit (R) nur ganz geringe Mengen an Protein und Saccharose enthalten sind.

Wie der Versuch „zwei Waschschriften“ zeigt, ergibt sich die höchste Proteinausbeute (ca. 35 %) bei niedrigstem Saccharosegehalt (unter 3 %), wenn der Prozess zwei Waschschriften und drei Elutionsschritte umfasst. Die positive Auswirkung des Waschganges vor der Elution ist, dass der Zucker entfernt wird, gleichzeitig jedoch nur wenig Protein verloren geht.

Zusätzlich zur Analyse des Gesamtprotein- und Saccharosegehalts findet beim Versuch „zwei Waschschriften“ eine SDS-PAGE statt. Abbildung 9.12 stellt das eingefärbte Gel dar. Der Streifen der unbehandelten Sojamolke (SW) zeigt BBI bei 12 kDa und Proteinbanden bis 100 kDa. Die Ausgangsreinheit beträgt 33 %.

Das ungebundene Filtrat (U) enthält all die Proteine, die nicht an die Oberfläche der Orica-MIEX[®]-DOC-Partikel adsorbiert sind. Erwartungsgemäß beinhaltet es die meisten Verunreinigungen der Sojamolke, wodurch seine Reinheit nur 23 % beträgt. Gleichzeitig lässt die geringe Intensität der BBI-Bande darauf schließen, dass hauptsächlich das Zielprotein an die Partikel gebunden ist.

Sowohl die BCA-Analyse als auch die SDS-PAGE ermitteln: bei den beiden Waschgängen geht nur eine ganz geringe Proteinmenge verloren. Die Analyse des Densitogramms ergibt, dass die eingefärbten Banden der Streifen W1 und W2 in der Gelhintergrundintensität verschwinden und deshalb unter der Nachweisgrenze liegen.

Der BBI-Peak im Elutionsstreifen E1 besitzt fast dieselbe Intensität wie die BBI-Bande im SW-Streifen. Es sind Proteine bis 30 kDa sichtbar, allerdings weniger ausgeprägt als im Streifen der unbehandelten Sojamolke. Die Proteine über 30 kDa sind nicht detektierbar. Das Eluat (E1) besitzt eine Reinheit von 55 %, was einer 1,7-fachen Reinigung entspricht. Der Konzentrationsfaktor beträgt 0,8, d. h. es findet Verdünnung statt. Bei E2 gehen die Intensitäten der eingefärbten Banden zurück, aber BBI ist nach wie vor die ausgeprägteste Bande mit derselben Reinheit wie in E1, jedoch bei halbiertem Konzentrationsfaktor. Die

Elution E3 besitzt die Reinheit 33 %, welche mit der Ausgangsflüssigkeit identisch ist und somit keine weitere Aufreinigung stattfindet. Die Regenerierung dient der Ablösung aller verbleibenden Proteine von der Partikeloberfläche. Der Regenerationsstreifen R enthält nur eine sehr schwach eingefärbte Proteinbande. Dies zeigt, dass die Partikeloberfläche mit der verwendeten Waschflüssigkeit nicht weiter gewaschen werden müssen und sie in einem neuen Prozesszyklus einsetzbar sind.

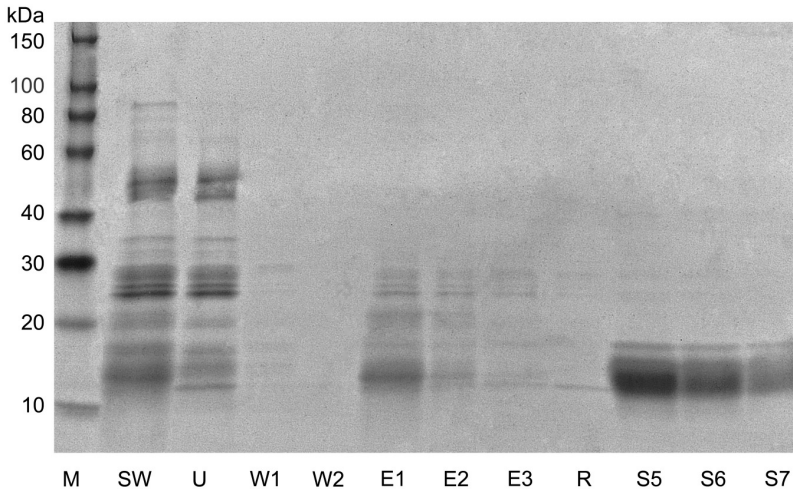


Abb. 9.12 Beobachtung der optimierten Aufreinigung „zwei Waschschritte“ mittels SDS-PAGE. M: Marker, SW: 5,51 unbehandelte Sojamilke (Einsatzgut), U: 5,51 ungebundene Sojamilke, W1/2: Waschschritte 1 und 2 mit je 21 Waschlösung, E1/2/3: Elutionsschritte 1, 2 und 3 mit 21 Elutionspuffer; R: Regenerierung mit 21 Waschlösung. S5 – S7: BBI-Standard in verschiedenen Konzentrationen. S5: 0,02 g/l, S6: 0,01 g/l, S7: 0,005 g/l.

Die BBI-Standardlinien S5, S6 und S7 sind aufgrund der letzten Ergebnisse entsprechend niedriger konzentriert. Die Konzentrationsreihe besteht aus 0,02 g/l, 0,01 g/l und 0,005 g/l. Die Proteinbanden, die größer als 20 kDa sind, verschwinden fast vollständig und die scheinbare Reinheit übersteigt 80 %. Die Stärke der BBI-Bande in S7 liegt im selben Bereich wie in den Streifen SW und E1, was beweist, dass die BBI-Konzentration in diesen Flüssigkeiten bei rund 0,005 g/l liegt.

Die Tabelle 9.2 fasst die Ergebnisse der durchgeführten Analysen zusammen. Sie beinhaltet den Gesamtprotein- und Saccharosegehalt sowie die BBI-Reinheit und die Konzentrationsfaktoren aus der Densitogramm.

Die unbehandelte Sojamilke weist 2,7 g/l Gesamtprotein auf und die Saccharosekonzentration beträgt 4,8 g/l. Im ersten Zyklus enthält der nicht gebundene Überstand 1,5 g/l Protein und

4,4 g/l Saccharose. In der Analyse des Gesamtproteins werden die SDS-PAGE-Ergebnisse bestätigt. Es zeigt sich, dass bei den Waschvorgängen wenig Protein verloren geht. Gleichzeitig wird der Saccharosegehalt signifikant verringert. Das gereinigte Eluat (E1) enthält 0,02 g/l Saccharose. Dies ist eine Reduktion um 98 %. In den Eluaten E2 und E3 ebenso wie im Regenerierungsüberstand (R) liegt der Saccharose-Wert unter der Nachweisgrenze. Außerdem ist der Gesamtproteingehalt im Eluat E1 1,6 g/l und sinkt auf 0,7 g/l in E2 und 0,4 g/l in E3. Die abgetrennte Regenerierungsflüssigkeit enthält 0,4 g/l Gesamtprotein.

Tabelle 9.2 Zusammenfassung der Reinigungsergebnisse an un behandelter Sojamilke im Versuch „zwei Waschschrte“

	Gesamtprotein ²	Saccharose ³	Reinheit ⁴	Aufreinigungs- faktor ⁴	Aufkonzentri- onsfaktor ⁴
	c_{TP} [g/l]	c_S [g/l]	P [%]	PF [-]	CF [-]
SW: unbehandelte Sojamilke	2,7 ± 1,6 %	4,8	33	1	1
U: ungebundenes Filtrat	1,5 ± 3,3 %	4,4	23	0,7	0,5
W1: Waschflüssigkeit 1	0,3 ± 4,3 %	1	u. NG.	-	-
W2: Waschflüssigkeit 2	0,1 ± 1,4 %	0,2	u. NG.	-	-
E1: Eluat 1	1,6 ± 4,3 %	0,02	55	1,7	0,8
E2: Eluat 2	0,7 ± 4,3 %	u. NG.	55	1,7	0,4
E3: Eluat 3	0,4 ± 10,0 %	u. NG.	33	1	0,3
R: Regeneration	0,1 ± 0,9 %	u. NG.	u. NG.	-	-
S5: BBI Std. (0,02 g/l)	n. b.	n. b.	81	2,5	1,7
S6: BBI Std. (0,01 g/l)	n. b.	n. b.	95	2,9	1,3
S7: BBI Std. (0,005 g/l)	n. b.	n. b.	95	2,9	0,8

n. b. : nicht bestimmt

u. NG.: unterhalb der Nachweisgrenze

9.4.3 Fazit

Der Prozess zeigt, dass durch eine Elution in mehreren Schritten die Ausbeute steigerbar ist. Der Saccharosegehalt im Eluat ist mit Hilfe von zusätzlich vorgeschalteten Waschschrten erheblich reduzierbar. Aus den Ergebnissen lässt sich schließen, dass die Vorbehandlung von Sojamilke, wie sie in Abschnitt 9.4.1 beschrieben ist, entfallen kann. Die Verwendung

magnetischer Ionenaustauschpartikel (z. B. Orica MIEX[®]-DOC) kann als Vorbehandlung der natürlichen Sojamilch dienen. Danach müssen selektivere magnetische Trägerpartikel (z. B. BBI-Antikörper-Funktionalisierung) verwendet werden, um das Zielprotein im Interesse höherer Reinheit und eines höheren Konzentrationsfaktors weiter aufzureinigen.

10 Schlussresümee und Ausblick

Die Arbeit zeigt, dass die Magnetseparation von Schmierölverunreinigungen gelingt. Die vorgestellten zylindrischen Permanentmagneten eignen sich für die HGMS; durch ihren Einsatz ist der Gesamtapparat kompakter und kostengünstiger. Man erreicht die Aufreinigung des Proteaseinhibitors BBI mit der entwickelten Pilotanlage. Die Prozessoptimierung führt zur Verbesserung der Ausbeute und Entfernung von Verunreinigung. Die Ergebnisse sind im Folgenden zusammengefasst. Zusätzlich finden sich jeweils Anregungen für weiterführende Arbeiten.

a) Die Drahtgeometrie, die Magnetflussdichte und Strömungsgeschwindigkeit beeinflussen die Abtrenneffizienz von magnetisierbaren Partikeln aus Getriebeöl. Die Abtrennung von Schmierölverunreinigungen mittels HGMS aus einem viskosen Öl ist möglich.

Die Arbeit zeigt, dass die magnetische Trennung mittels des Hoch-Gradienten Magnetfilters von Magnetitpartikeln (Fe_3O_4) und fester Schmierölverunreinigung aus einem Windenergieanlagengetriebe (WEA) bei ausreichender Filtrationslänge gut möglich ist. Die Drahtgewebegeometrie spielt eine bedeutende Rolle. So gelingt die Abtrennung umso besser, desto höher die spezifische Oberfläche ist. Mit steigender Magnetflussdichte und kleiner werdender Strömungsgeschwindigkeit steigt die Abtrenneffizienz an. Die Berechnungsergebnisse zur Abscheideeffizienz und Trenngrad stimmen gut mit den experimentellen Ergebnissen überein. Die Methode ist daher gut geeignet, um Apparateauslegung durchzuführen.

Die Charakterisierung der verschiedenen Windenergieanlagengetriebe-Filter-Partikel (WEA0-WEA3) ergibt, dass sie sich im Hinblick auf Materialzusammensetzung und Magnetisierung stark voneinander unterscheiden. Die Untersuchung des Abtrennverhaltens der Magnetitpartikel und der WEA0 Partikel bei wiederholter Filtration (Multi-pass) ergibt einen Anstieg der Abscheideeffizienz als Funktion der Versuchszeit. Die maximale Abtrenneffizienz der Magnetitpartikel beträgt 94 %, im Fall der WEA0 Partikel erreicht man maximal 67 %. Die chemische Zusammensetzung der abgetrennten WEA0 Partikel entspricht der des Einsatzgutes. Die REM-EDX Analyse zeigt qualitativ die Zusammensetzung der WEA0 Partikel. Insbesondere das Schliffbild ergab, dass einzelne Partikel aus zwei verschiedenen Primärmaterialien zusammengefügt sind. Vermutlich ist dies aufgrund des Zusammentreffens im Schmierpalt des WEA-Getriebes geschehen. Die Probe besteht aus magnetisierbaren und nichtmagnetisierbaren Partikeln, die gemeinsam am Draht abgetrennt werden. Man spricht hierbei von magnetisch-induzierter Heteroagglomeration.

Die Modellversuche zur Heteroagglomeration ergeben, dass es nicht ausreicht, eine magnetisierbare und eine nichtmagnetisierbare Komponente miteinander zu vermischen, um

das Verhalten von WEA Partikeln nachzuahmen, da das Verhalten im Magnetfeld sich unterscheidet. So ergeben Makroskopaufnahmen, dass nahezu alle Partikel der WEA Proben sich im Magnetfeld zu Ketten ausbilden. Im Gegensatz dazu werden bei den künstlichen Mischungen zwar einzelne nichtmagnetisierbare Partikel in das Magnetagglomerat eingebunden, die meisten jedoch verbleiben außerhalb und sind daher nicht abtrennbar. Zur Herstellung eines geeigneten Modellsystems, das das Verhalten der WEA-Partikel nachahmt, ist es sinnvoll die Mischungen mechanisch zu beanspruchen. Beispielsweise könnte dies in einer Kugelmühle geschehen, um die Belastung auf Partikel im Schmierspalt des Getriebes zu simulieren.

b) Die longitudinale und transversale Permanentmagnetanordnung erzeugt ein Feld, das mit dem C-förmigen Permanentmagneten und dem Elektromagneten vergleichbar ist.

Zum Einsatz der Magnetseparation in Prozessen mit hohem Durchsatz benötigt man zur Magnetfelderzeugung einen skalierbaren, kostengünstigen, kompakten und leichten Magneten. Die Arbeit zeigt, dass diese Anforderungen von dem transversal zylindrischen Mandhala Permanentmagneten erfüllt werden. Der Mandhala-Magnet besitzt 0,37 T im Magnetzentrum. Die Magnetflussdichte sinkt innerhalb der Filterlänge von 160 mm nicht unter 0,27 T. Er ist kompakter, leichter und mithin auch einfacher zu transportieren als der vergleichbare C-förmige Magnet.

Der verwendete Dipolansatz ist eine geeignete Methode zur Berechnung des Magnetfelds entlang der Magnetachse. Durch die Einführung eines Reduktionsfaktors und einer Hilfsfunktion ist eine sehr gute Übereinstimmung der Berechnung mit den Messdaten des gebauten Magneten gelungen. Die Arbeit beschäftigte sich mit der Dimensionierung des Magneten, um das Prinzip ins Großtechnische übertragbar zu machen. Sie optimiert die benötigte Magnetmasse in Abhängigkeit von der erforderlichen Magnetflussdichte und der Filterfläche. Das entwickelte MATLAB-Programm verwendet den genetischen Algorithmus (ga) zur Ermittlung des Optimums.

Die Arbeit stellt zudem ein analytisches Auslegungsverfahren für einen Permanentmagneten mit longitudinalem Feld, dem sogenannten Aubert-Magneten, vor. Die heuristische Dipolnäherung eignet sich, um die Verstärkung der Magnetflussdichte durch eine zweite Ringstruktur zu beschreiben. Die Lösungen der magnetischen Flussdichte entlang der Magnetachse stimmen sehr gut mit den FEM-Ergebnissen und der Messung am gebauten Magneten überein.

Sowohl der Elektromagnet als auch der Aubert-Magnet bieten Vor- und Nachteile. Bei der Verwendung des Elektromagneten ist ein Vorteil, dass die Magnetflussdichte sich ohne weiteres durch Anpassung des Stroms variieren lässt. Der zweite Vorteil besteht darin, dass weder der Magnet noch der Trennapparat zur Rückspülung bewegt werden muss, da sich der Magnet abschalten lässt. Die Nachteile sind insbesondere das Gewicht und der Energiebedarf.

Im Gegensatz dazu ist der Aubert-Permanentmagnet kompakt, leicht und benötigt nach der

Herstellung keine weitere Energie. Obwohl sein Feld, verglichen mit dem des Elektromagneten, nur etwa halb so groß ist, reicht die Flussdichte des gebauten Magneten schon für HGMS aus. Mit dem entwickelten analytischen Näherungsansatz lässt sich eine Optimierung für die Erhöhung der Magnetflussdichte gut durchführen. Außerdem bietet sich die Anwendung von Polygonmagneten an, dadurch ist die Magnetmaterialdichte um 20 % steigerbar [74]. Weiter denkbar wäre es die Eisenstäbe durch ein dünnes Eisenrohr zu ersetzen und so das Gewicht zu reduzieren und möglicherweise dadurch die Magnetflussdichte im Zentrum des Aubert-Magneten zu erhöhen.

Der Magnetseparationsprozess verlangt, dass das Magnetfeld während der Rückspülung „abschaltbar“ ist. Im Fall des gebauten Aubert-Magneten muss das Magnetfeld durch Verschieben des Magneten gegenüber der Filterzelle entfernt werden. Das heißt, dass die Leitungsanschlüsse pro Rückspülzyklus jeweils zweimal abgenommen und wieder angeschlossen werden müssen. Um dies zu umgehen, könnte man den Magneten mit einer seitlichen Öffnungs- und Schließvorrichtung versehen, das Magnetfeld durch Einführung eines Eisenrohrs abschirmen oder durch das Weglassen der Eisenstäbe die seitliche Zugänglichkeit erreichen. Diese drei Möglichkeiten werden in den folgenden Abschnitten diskutiert.

Der Aubert-Magnet lässt sich nicht so leicht öffnen und schließen wie der gebaute Mandhala-Magnet. Er besteht im Wesentlichen aus einem Ring C-förmiger Magneten mit gleicher Polarität, die einander abstoßen. Daher lässt er sich zwar leicht öffnen, doch nur ziemlich schwer wieder schließen; der Schließvorgang von Hand ist für einen Magneten von der gebauten Größe nicht möglich. Das Schließen des gebauten Magneten lässt sich unter Umständen mit einem großen Hebel, der ungefähr 160 Nm aufbringt, bewerkstelligen. Die notwendige Kraft ist ein Hinweis darauf, dass möglicherweise durch wiederholtes Öffnen und Schließen Entmagnetisierung auftritt. Dieser Effekt ist vermutlich aber nicht groß genug, um die Magnetflussdichte innerhalb der vorgesehenen Rückspülzyklenzahl drastisch zu reduzieren.

Durch Einführung eines Eisenrohrs am Rand des Magnetinnenraumes erreicht man eine gute Abschirmung des Magnetfelds innerhalb der Filterzelle und es erübrigt sich so deren Verschiebung vor der Rückspülung.

Durch das Ersetzen der Eisenstäbe mit einer zweiten Magnetringanordnung um die inneren Magnetringe herum, erreicht man, dass der Raum zwischen oberen und unteren Magnetringen frei bleibt. Zentrisch zwischen den Ringen ist das Magnetfeld verhältnismäßig schwach und weist nicht so hohe Gradienten auf wie ober- und unterhalb des Magnetinnenraums. In diesem Fall lässt sich die Separationsanlage mit einer seitlichen Suspensionszufuhr- und Separatentnahmeverrichtung ausrüsten, die zentral zwischen den Ringen angeordnet ist. Ein solcher Apparat wäre in einem kontinuierlichen Prozess einsetzbar. Denkbar wäre der Einsatz einer magnetfeldüberlagerte Zentrifuge mit seitlichem Partikelkonzentrataustrag, die dem Tellerseparator ähnlich ist. Einen chargenweise betriebenen Magnetfilter könnte man einfach seitlich in bzw. aus dem Magneten fahren.

c) Der Mandhala-Magnet und die Pilot-HGMS eignen sich zur Abtrennung von Protein aus Sojamilch.

Der letzte Teil der Arbeit analysiert das Betriebsverhalten des neuen HGMS-Filters im Pilotmaßstab. Das Gerät ist mit drehbaren Matrizen und Rührern ausgestattet, um die Rückspülung verbessern zu können. Der relative Rückstand kann auf unter 3 % reduziert werden.

Die konzipierte Anlage eignet sich zur Proteinaufreinigung. Durch gezielte Prozessoptimierung konnte die Ausbeute von 28 % auf 35 % gesteigert und der Restgehalt von Saccharose von 1 g/l auf unter 0,02 g/l minimiert werden. Die Ergebnisse der optimierten Verfahrensweise zeigen, dass die aufwendige Vorbehandlung der Sojamilch (Zentrifugation, thermische Behandlung, Filtration) unterbleiben kann. Gleichzeitig ist jedoch die selektive Abtrennung von BBI durch die verfügbaren Anionenaustauscherpartikel unzureichend. Die maximal erreichte Reinheit des BBI beträgt 65 %, der Aufreinigungsfaktor ist 1,3 und der Konzentrationsfaktor 1,5. Haupthindernis bei diesem Separationsprozess ist der Mangel an preiswerten Trägerpartikeln, die BBI selektiv binden.

Sowohl der Permanentmagnet als auch die Trennzelle in der neuen Auslegung weisen günstige Eigenschaften auf, sodass das Prinzip bei Trennprozessen in großtechnischem Maßstab einsetzbar ist. Zum einen sind beide leicht skalierbar oder parallelisierbar. Zum zweiten sind die Investitionen überschaubar und die Betriebskosten niedrig, da der Magnet keine Stromversorgung benötigt. Drittens ist die Trenneinrichtung sehr kompakt und leicht im Vergleich zu konventionellen Permanentmagneten oder Elektromagneten.

11 Formelzeichen

Griechische Buchstaben

Symbol	Bezeichnung	Einheit
α	Winkel zwischen zwei Magnetzentren	$^\circ$ oder rad
γ	wählbarer Ringabstandsfaktor	-
δ	Abstand zwischen ${}^k\mathbf{p}_i$ und ${}^k\mathbf{p}_i^*$	
η	dynamische Viskosität	kg/(ms)
κ	Volumenssuszeptibilität	-
λ	Faktor, der den Abstand zwischen den Magnetecken ${}^4\mathbf{p}_{j-1}$ und ${}^3\mathbf{p}_j$ beschreibt	-
μ_r	relative Permeabilität	-
μ	Permeabilität	Vs/Am
ν	Reduktionsfaktor	-
Ξ	Hilfsfunktion (Mandhala-Magnet)	-
ρ	Feststoffdichte	kg/m ³
σ	Magnetisierung	Am ² /kg
τ	Verweilzeit	min
φ_m	magnetisches Potential	Vs/m
χ	(extrinsische) Suszeptibilität	-
Ψ	Hilfsfunktion (Aubert-Magnet)	-
ω	Larmor-Frequenz	Hz

Lateinische Buchstaben

Symbol	Bezeichnung	Einheit
A	Fläche	m ²
a	Magnetseitenlänge oder Drahtdurchmesser	m
B	magnetische Flussdichte	T
b	Abstand zwischen den Magnetringen	m
\mathbf{c}	Mindestanforderungsvektor	
c	2. Magnetseitenlänge	m

c_n	Anzahlkonzentration	$-/m^3$
c_m	Massenkonzentration	kg/m^3 o. kg/kg
CF	Konzentrationsfaktor	-
d	Durchmesser	m
D	Durchmesser des Zylinders orthogonal zur Magnetisierungsrichtung	m
E	Abscheideeffizienz	-
F	Kraft	N
f	Feingut, d. h. hier: Partikelmengenanteil im Filtrat, Faktor	-
h	Abmessung der Magnete in Strömungsrichtung	m
H	Magnetfeldstärke	A/m
I	Strom(-stärke)	A
K	Hilfsgröße	-
k	Laufvariable	-
l	Gesamtlänge, nutzbare Länge, Filterlänge	m
l	Laufvariable	-
L	Länge in Magnetisierungsrichtung	m
L_1	Leiterlänge	m
M_m	Magnetmasse	kg
M_{total}	Gesamtgewicht des Magneten und Gehäuse	kg
M	Magnetisierung	A/m
M_S	spezifische Magnetisierung	$A\ m^2/kg$
m_m	Masse	kg
m	Anzahl der Magnetringe	-
N	Anzahl der Stufen, Anzahl der Zellen	-
n	Anzahl	-
N_m	„magnetometrischer“ Demagnetisierungsfaktor	-
N_f	„fluxmetrischer“ (oder „ballistischer“) Demagnetisierungsfaktor	-
O	Oberfläche	m^2
\mathbf{p}_m	magnetisches Drehmoment, auch Magnetisierungsvektor	$A\ m^2$
$p_{m,0}$	Magnetisierungsamplitude	$A\ m^2$

${}^k\mathbf{p}_i$	Koordinatenvektor der Magnetecken	m
P	Reinheit	-
PF	Reinigungsfaktor	-
q	Dichteverteilung	
Q	Summenverteilung	-
r	Radius	m
r^*	relativer Rückstand	-
R	Abstand zwischen der Koordinate P und dem Dipolzentrum O	m
Rc	Einfangradius	m
s	Versatz der Magnete in axialer Richtung	m
S	Oberfläche des Magnetvolumen	m ²
T	absolute Temperatur	K
T	Trenngrad	-
t	Versuchszeit	s
\mathbf{u}	Einheitsvektor	m
U	Energie	J
V	Volumen	m ³
v	Geschwindigkeit	m/s
\dot{V}	Volumenstrom, Durchsatz	m ³ /s
w	Gesamtbreite	m
w_m	Dichte der magnetische Energie	J/m ³
w	Massenanteil eines Elements	-
w	Maschenweite	m
W	Waschverhältnis	-
x	Äquivalentdurchmesser	m
x	Anteil	-

Konstanten

Symbol	Bezeichnung	Einheit
μ_0	Permeabilität des Vakuums	$4\pi 10^{-7}$ Vs/Am
C	Curie-Konstante	stoffspezifisch in K
e	Elementarladung eines Elektrons	$1,602176565(35) \cdot 10^{-19}$ C
k	Boltzmann-Konstante	$1,380648810^{-23}$ J/K

Indizes

Symbol	Bezeichnung
0	Hintergrund, ungestört, Vakuum, Anzahl, Unfiltrat
1	Länge
2	Fläche
3	Masse bzw. Volumen
50	mittlerer Wert
*	reduziert
a	außen, Atom
att	angeheftet
c	Zentrum, koerzitiv
C	Curie-
cell	Zelle
d	Ablauf (von engl. drain)
e	Elektron
f	Fluid, Filtrat
g	Probenglas
H	Mandhala-Magnet
i	innen
int	dazwischen liegend
<i>i</i>	Laufindex, bzw. -variable
<i>j</i>	Laufindex, bzw. -variable
m	magnetisch, Mess-, Filtermembran, massenspezifisch, Anzahl der Magnetringe
max	maximal
mag	Magnetringe
2mag	zwei Magnetringestrukturen
n	anzahlspezifisch
N	Neel
p	Partikel
r	Remanenz, relativ
s	Sättigung, Probenglas+Suspension
S	spezifisch
susp	Suspension
sep	abgetrennt

t wahr bzw. intrinsisch, gesamt, Probenglas+Trockensubstanz
u zur Verfügung stehend, benutzbar
ws verunreinigte Waschflüssigkeit (Suspension)
wl saubere Waschflüssigkeit

Literatur

- [1] A. Aharoni. Demagnetizing factors for rectangular ferromagnetic prisms. *J Appl Phys* 83.6 (1998), S. 3432–3434.
- [2] D. N. Anderson, C. J. Hubert und J. H. Johnson. Advances in quantitative analytical ferrography and the evaluation of a High-gradient Magnetic Separator for the study of diesel-engine wear. *Wear* 90.2 (1983), 297–333. ISSN: 0043-1648.
- [3] ANSI/AGMA/AWEA 6006-A03. Standard for Design and Specification of Gearboxes for Wind Turbines. American Gear Manufacturers Association, 2003.
- [4] G. Aubert. Cylindrical permanent magnet with longitudinal induced field. US Patent 5014032. 1991.
- [5] P. Babinec, A. Krafčík, M. Babincova und J. Rosenecker. Dynamics of magnetic particles in cylindrical Halbach array: Implications for magnetic cell separation and drug targeting. *Med Biol Eng Comput* 48.8 (2010), S. 745–753.
- [6] J. Becker, O. R. T. Thomas und M. Franzreb. Protein Separation with magnetic adsorbents in micellar Aqueous Two-Phase Systems. *Sep Purif Technol* 65 (2009), S. 46–53. doi: 10.1016/j.seppur.2008.05.017.
- [7] Y. Birk. Purification and some properties of a highly active inhibitor of trypsin and α -chymotrypsin from soybeans. *Biochim Biophys Acta* 54.2 (1961), S. 378–381. doi: 10.1016/0006-3002(61)90387-0.
- [8] R. R. Burgess. Preparing a Purification Summary Table. *Methods Enzymol* 463 (2009), S. 29–34. doi: 10.1016/S0076-6879(09)63004-4.
- [9] K. H. J. Buschow und F. R. de Boer. Physics of magnetism and magnetic materials. New York [u.a.]: Kluwer Academic/Plenum Publ., 2003. ISBN: 0-306-47421-2.
- [10] M. Cerff u. a. Harvesting fresh water and marine algae by magnetic separation: Screening of separation parameters and high gradient magnetic filtration. *Bioresour Technol* 118 (2012), S. 289–295. doi: 10.1016/j.biortech.2012.05.020.
- [11] D.-X. Chen, J. A. Brug und R. B. Goldfarb. Demagnetizing factors for cylinders. *IEEE Trans Magn* 27.4 (1991), S. 3601–3619.
- [12] A. Ciesla. Use of the low (LTS) and high (HTS) temperature superconductors in the magnetic separation. Economic comparison. *Przeegl Elektrotech* 87.3 (2011), 21–24. ISSN: 0033-2097.
- [13] D. L. Cummings, D. C. Prieve und G. J. Powers. High-Gradient Magnetic Separation in a viscous-flow field. *AIChE J* 26.6 (1980), 1041–1044. ISSN: 0001-1541.

- [14] M. I. De Barros Bouchet u. a. Mechanisms of MoS₂ formation by MoDTC in presence of ZnDTP: effect of oxidative degradation. *Wear* 258.11-12 (2005), S. 1643–1650. doi: 10.1016/j.wear.2004.11.019.
- [15] DIN IEC 61400-4. Wind turbines - part 4: Design requirements for wind turbines gearboxes (IEC 88/354/CD:2009). German Commission for Electrical, Electronic & Information Technologies of DIN und VDE, 2010.
- [16] R. S. Dwyer-Joyce. Predicting the abrasive wear of ball bearings by lubricant debris. *Wear* 233-235 (1999), S. 692–701. ISSN: 0043-1648. doi: 10.1016/S0043-1648(99)00184-2.
- [17] N. Ebner. „Einsatz von Magnettrenntechnologie bei der Bioproduktaufarbeitung“. Diss. Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik, Universität Karlsruhe, 2006.
- [18] N. A. Ebner, C. S. G. Gomes, T. J. Hobley, O. R. T. Thomas und M. Franzreb. Filter capacity predictions for the capture of magnetic microparticles by high-gradient magnetic separation. *IEEE Trans Magn* 43.5 (2007), S. 1941–1949.
- [19] C. Eichholz. „Zur magnetfeldinduzierten Strukturierung von Filterkuchen – Experimenteller Nachweis, Simulation und Anwendung in der selektiven Bioseparation“. Diss. Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik des Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2010.
- [20] C. Eichholz, M. Silvestre, M. Franzreb und H. Nirschl. Recovery of lysozyme from hen egg white by selective magnetic cake filtration. *Eng Life Sci* 1 (2011), S. 75–83. doi: 10.1002/elsc.201000121.
- [21] I. D. L. Foster, R. Millington und R. G. Grew. „The impact of particle size controls on stream turbidity measurement; some implications for suspended sediment yield estimation“. *Erosion and Sediment Transport Monitoring Programmes in River Basins: Proc Oslo Symp.* Bd. 210. 1992, S. 51–62. ISBN: 1-901502-42-2.
- [22] D. B. Fournier, J. W. Erdman Jr. und G. B. Gordon. Soy, its components, and cancer prevention: A review of the in vitro, animal, and human data. *Cancer Epidemiol Biomarkers Prev* 7.11 (1998), S. 1055–1065.
- [23] M. Franz und M. Franzreb. Determination of the capture radii of magnetite bearing hydroxide flocs in magnetic filtration. *IEEE Trans Magn* 34.6 (NOV 1998), 3902–3909. ISSN: 0018-9464. doi: 10.1109/20.728301.
- [24] M. Franzreb. Magnettechnologie in der Verfahrenstechnik wässriger Medien. Habilitation FZKA 6916 (2003). URL: <http://bibliothek.fzk.de/zb/berichte/FZKA6916.pdf>.
- [25] M. Franzreb und W. H. Höll. Phosphate removal by high-gradient magnetic filtration using permanent magnets. *IEEE Trans Appl Supercond* 10.1 (2000), S. 923–926.
- [26] E. P. Furlani. Permanent magnet and electromechanical devices: materials, analysis, and applications. Academic Press, 2001. ISBN: 0-12-269951-3.

- [27] R. Gerber und R. R. Birss. High Gradient Magnetic Separation. Research Studies Press, 1983.
- [28] C. Gerthsen. Gerthsen Physik. Hrsg. von D. Meschede. 21., völlig neu bearb. Aufl. Springer-Lehrbuch. Berlin: Springer, 2002. ISBN: 3-540-42024-X.
- [29] U. O. Haefeli, K. Gilmour, A. Zhou, S. Lee und M. E. Hayden. Modeling of magnetic bandages for drug targeting: Button vs. Halbach arrays. *J Magn Magn Mater* 311.1 SPEC. ISS. (2007), S. 323–329.
- [30] K. Halbach. Design of permanent multipole magnets with oriented rare earth cobalt material. *Nucl Instrum Methods* 169.1 (1980), S. 1–10.
- [31] F. Heusler, W. Starck und E. Haupt. Magnetisch-chemische Studien. *Verhandlungen der deutschen physikalischen Gesellschaft* 5.12 (1903), S. 219–232.
- [32] C. Hoffmann, M. Franzreb und W. H. Höll. A novel High-Gradient Magnetic Separator (HGMS) design for biotech applications. *IEEE Trans Appl Supercond* 12.1 (2002), S. 963–966.
- [33] A. Hou u. a. Genetic Variability of Seed Sugar Content in Worldwide Soybean Germplasm Collections. *Crop Sci* 49.3 (2009), 903–912. ISSN: 0011-183X. doi: 10.2135/cropsci2008.05.0256.
- [34] <http://www.oelcheck.de/>. Warn- und Grenzwerte Windkraftanlagen, Planetengetriebe. online. März 2009.
- [35] K. Hu, X. Hu, Y. Xu, F. Huang und J. Liu. The Effect of Morphology on the Tribological Properties of MoS₂ in Liquid Paraffin. *Tribol. Lett.* 40 (1 2010). 10.1007/s11249-010-9651-z, S. 155–165. ISSN: 1023-8883.
- [36] C. Hugon, P. M. Aguiar, G. Aubert und D. Sakellariou. Design, fabrication and evaluation of a low-cost homogeneous portable permanent magnet for NMR and MRI. *C R Chim* 13.4 (2010), 388–393. doi: 10.1016/j.crci.2009.09.009.
- [37] C. Hugon, F. D’Amico, G. Aubert und D. Sakellariou. Design of arbitrarily homogeneous permanent magnet systems for NMR and MRI: Theory and experimental developments of a simple portable magnet. *J Magn Reson* 205.1 (2010), 75–85. doi: 10.1016/j.jmr.2010.04.003.
- [38] J. D. Jackson. Classical electrodynamics. 3rd. New York: Wiley, 1999. ISBN: 978-0-471-30932-1; 0-471-30932-X.
- [39] T. Kaeppler, M. Cerff, K. Ottow, T. Hobley und C. Posten. In situ magnetic separation for extracellular protein production. *Biotechnol Bioeng* 102.2 (2009), S. 535–545. doi: 10.1002/bit.22064.
- [40] P. Kopf, M. Piesche und S. Schütz. Beschreibung des Druckverlusts von Drahtgeweben mit Hilfe von Ähnlichkeitsgesetzen. *F&S, Filtr Sep* 21.6 (2007), S. 330–335.

- [41] G. Lehner. *Elektromagnetische Feldtheorie: für Ingenieure und Physiker*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2010. ISBN: 978-3-642-13042-7. doi: 10.1007/978-3-642-13042-7.
- [42] H. A. Leupold. „Rare-earth Iron Permanent Magnets“. Hrsg. von J. M. D. Coey. Oxford University Press, 1996. Kap. Static applications, S. 381–429.
- [43] O. Levenspiel. *Chemical Reaction Engineering*. 3rd. New York: Wiley, 1999.
- [44] J. Lewis. Turbidity-controlled suspended sediment sampling for runoff-event load estimation. *Water Resour Res* 32.7 (1996), S. 2299–2310. doi: 10.1029/96WR00991.
- [45] Y. Li, C. Zhao, X. Wul und D. Lu. Aggregation experiments on fine fly ash particles in a gradient magnetic field. *Chem Eng Technol* 30.8 (AUG 2007), 1045–1049. ISSN: 0930-7516. doi: 10.1002/ceat.200600346.
- [46] J. Lindner, K. Keller, G. Grim, J. Feller und H. Nirschl. „Upscaling of Bio-Nano Processes: Selective Bioseparation by Magnetic Particles“. Hrsg. von H. Nirschl und K. Keller. Springer, 2014. Kap. Magnetically Enhanced Centrifugation for Industrial Use.
- [47] J. Lindner, K. Wagner, C. Eichholz und H. Nirschl. Efficiency Optimization and Prediction in High-Gradient Magnetic Centrifugation. *Chem Eng Technol* 33.8 (2010), 1315–1320. doi: 10.1002/ceat.201000112.
- [48] D. A. Lowther und P. P. Silvester. *Computer-aided design in magnetics*. Berlin [u.a.]: Springer, 1986. ISBN: 3-540-15756-5; 0-387-15756-5.
- [49] Magnum Magnetic Filter. URL: <http://www.magnum.com/>.
- [50] J. C. Mallinson. One-sided fluxes - A magnetic curiosity? *IEEE Trans Magn MAG-9.4* (1973), S. 678–682.
- [51] G. Mariani, M. Fabbri, F. Negrini und Ribani. High-Gradient Magnetic Separation of pollutant from wastewaters using permanent magnets. *Sep. Purif. Technol.* 72.2 (2010), S. 147–155. ISSN: 1383-5866. doi: 10.1016/j.seppur.2010.01.017.
- [52] W. H. McNeese, P. C. Wankat und F. J. Friedlaender. Viscosity effects in single wire studies 2. English. *IEEE Trans on Magn* 16.5 (1980), 843–845. ISSN: 0018-9464.
- [53] W. H. McNeese, P. C. Wankat, F. J. Friedlaender, T. Nakano und M. Takayasu. Viscosity effects in single wire HGMS studies. English. *IEEE Trans on Magn* 15.6 (1979), 1520–1522. ISSN: 0018-9464.
- [54] Megazyme International Ireland. Sucrose, D-fructose and D-glucose assay procedure (K-SUFRG). online, <http://secure.megazyme.com>. Accessed: 2013-09-29. (Archived by WebCite® at <http://www.webcitation.org/6K010V8xJ>). 2012.
- [55] K. Menzel, J. Lindner, H. Anlauf und H. Nirschl. „Viscosity effects in High-Gradient Magnetic Separation Technique–Separation of magnetic enzyme carrier particles applied in biopolymer production“. 11th World Filtration Congress in Graz, Austria. 2012.

- [56] A. G. Mignani u. a. Optical fiber spectroscopy for measuring quality indicators of lubricant oils. *Meas Sci and Technol* 20.3 (2009), S. 034011.
- [57] F. Mishima, S. Takeda, M. Fukushima und S. Nishijima. A superconducting magnetic separation system of ferromagnetic fine particles from a viscous fluid. *Phys C (Amsterdam, Neth)* 463 (OCT 1 2007). 19th International Symposium on Superconductivity, Nagoya, Japan, Oct 30-Nov 01, 2006, 1302–1305. ISSN: 0921-4534. DOI: 10.1016/j.physc.2007.04.304.
- [58] M. Mosleh, N. D. Atnafu, J. H. Belk und O. M. Nobles. Modification of sheet metal forming fluids with dispersed nanoparticles for improved lubrication. *Wear* 267.5-8 (2009). 17th International Conference on Wear of Materials, S. 1220–1225. ISSN: 0043-1648. DOI: 10.1016/j.wear.2008.12.074.
- [59] R. Nilsson, U. Olofsson und K. Sundvall. Filtration and coating effects on self-generated particle wear in boundary lubricated roller bearings. *Tribol Int* 38.2 (2005), S. 145–150. ISSN: 0301-679X. DOI: 10.1016/j.triboint.2004.07.022.
- [60] H. Nirschl und K. Keller, Hrsg. *Upscaling of Bio-Nano Processes: Selective Bio-separation by Magnetic Particles*. Springer, 2014. Kap. Magnetically Enhanced Centrifugation for Industrial Use, S. 133–146.
- [61] Noria Cooperation. *Applications and Benefits of Magnetic Filtration*. Machinery Lubrication. <http://www.webcitation.org/5zvt2aJTX>. Noria Cooperation, 2010.
- [62] S. Ötleş, Hrsg. *Methods of analysis of food components and additives*. 2nd ed. Chemical & functional properties of food components. Boca Raton: Taylor & Francis, 2012.
- [63] E. Pardo, D.-X. Chen und A. Sanchez. Demagnetizing factors for square bars. *IEEE Trans Magn* 40.3 (2004), S. 1491–1498.
- [64] E. L. Paul, Hrsg. *Handbook of industrial mixing: science and practice*. Hoboken, N.J.: Wiley-Interscience, 2004.
- [65] H. Raich und P. Blümmler. Design and construction of a dipolar Halbach array with a homogeneous field from identical bar magnets: NMR mandhalas. *Concepts Magn Reson Part B Magn Reson Eng* 23.1 (2004), S. 16–25. DOI: 10.1002/cmrb.20018.
- [66] W. Raith, Hrsg. *Lehrbuch der Experimentalphysik*. 9., überarb. Aufl. Bd. 2: Elektromagnetismus. Berlin [u.a.]: de Gruyter, 2006. ISBN: 3-11-018898-8; 978-3-11-018898-1.
- [67] P. Rhodes und G. Rowlands. Demagnetizing energies of uniformly magnetized rectangular blocks. *Proc Leeds Phil Lit Soc* 6 (1954), S. 191–210.
- [68] V. Rombach. Einfluss der Betriebsbedingungen auf den Partikelgehalt von Getriebeölen. *FVA-Heft* 888 (2009), 1 ff.

- [69] F. Ruslim. „Flow Phenomena in Cake Washing Driven by Mass Forces“. Diss. University of Karlsruhe, Germany, ISBN 978-3-86727-788-4, 2008. ISBN: 978-3-86727-788-4.
- [70] F. Ruslim, B. Hoffner, H. Nirschl und W. Stahl. Evaluation of pathways for washing soluble solids. *Chem Eng Res Des* 87.8 (2009), S. 1075–1084. doi: 10.1016/j.cherd.2009.01.007.
- [71] M. Seidel und J. Gößwein. „Advances in Offshore Wind Technology“. *Wind Energy*. Springer Berlin Heidelberg, 2007, S. 287–292. ISBN: 978-3-540-33866-6. doi: 10.1007/978-3-540-33866-6_53.
- [72] J. A. Selvaggi u. a. High gradient magnetic separation using a high temperature superconducting magnet. *Appl Supercond* 6.1 (JAN 1998), 31–36. ISSN: 0964-1807. doi: 10.1016/S0964-1807(98)00044-1.
- [73] P. K. Smith u. a. Measurement of protein using bicinchoninic acid. *Anal Biochem* 150.1 (1985), 76–85. ISSN: 0003-2697. doi: 10.1016/0003-2697(85)90442-7.
- [74] H. Soltner und P. Blümmler. Dipolar Halbach magnet stacks made from identically shaped permanent magnets for magnetic resonance. *Concepts Magn Reson Part A Bridg Educ Res* 36.4 (2010), S. 211–222. doi: 10.1002/cmr.a.20165.
- [75] M. Stolarski. „Die Magnetfeldüberlagerte Zentrifugation–Ein neues hybrides Trennverfahren zur Selektiven Bioseparation“. Diss. Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik des Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2011.
- [76] M. Stolarski, C. Eichholz, B. Fuchs und H. Nirschl. Sedimentation acceleration of remanent iron oxide by magnetic flocculation. *China Particuol* 5.1-2 (FEB-APR 2007), 145–150. ISSN: 1672-2515. doi: 10.1016/j.cpart.2007.01.005.
- [77] J. Svoboda. *Magnetic techniques for the treatment of materials*. Hrsg. von J. Svoboda. Kluwer Academic Publishers, 2004. ISBN: 1-4020-2038-4.
- [78] T. L. Templeton und A. S. Arrott. Magnetostatics of rods and bars of ideally soft ferromagnetic materials. *IEEE Trans Magn* MAG-23.5 (1987), S. 2650–2652. doi: 10.1109/TMAG.1987.1065695.
- [79] UniProt: the Universal Protein Resource. Bowman-Birk type proteinase inhibitor. online, <http://www.uniprot.org/uniprot/P01055>. Accessed: 2013-03-12. Archived by WebCite® at <http://www.webcitation.org/6F3xoKJ7j>. UniProtKB/Swiss-Prot.
- [80] A. W. Veith und P. Meyerer. Magnet system for the focusing of electron beams. US Patent 2876373. 1959.
- [81] J. H. P. Watson. Magnetic Filtration. *J Appl Phys* 44.9 (1973), 4209–4213.
- [82] C. W. Windt, H. Soltner, D. V. Dusschoten und P. Blümmler. A portable Halbach magnet that can be opened and closed without force: The NMR-CUFF. *J Magn Reson* 208.1 (2011), S. 27–33.

-
- [83] Zur FEM Simulation stand das AC/DC Modul von COMSOL Multiphysics zur Verfügung. www.comsol.com. COMSOL 4.3 a.

A Anhang

A.1 zu Teil I

Tabelle A.1 Warn- und Grenzwerte für Windenergieanlagen bzw. Planetengetriebe [34]

Verschleiß		Verunreinigung	
Fe [mg/kg]	39–120	Si/Staub [mg/kg]	5–30
PQ Index [-]	80–120	K [mg/kg]	7–15
Cr [mg/kg]	2–4	Na [mg/kg]	10–25
Sn [mg/kg]	2–12	Li [mg/kg]	5–15
Al [mg/kg]	5–13	H2O [ppm]	<300–<1000
Ni [mg/kg]	2–6		
Cu [mg/kg]	20–55	Schwefel/Phosphor Additivierung	
Pb [mg/kg]	4–13	Ca, B, Mg, Zn, Ba [mg/kg]	20–60
Mb [mg/kg]	10–100	P, S [mg/kg]	250–510

Tabelle A.2 Reinheitsklassen nach ISO 4406

Anzahl n_p [-/100 ml]		Reinheitsklasse [-]
größer als	kleiner gleich	
13000000	25000000	28
6400000	13000000	27
3200000	6400000	26
1600000	3200000	25
800000	1600000	24
400000	800000	23
200000	400000	22
100000	200000	21
50000	100000	20
25000	50000	19
13000	25000	18
6400	13000	17
3200	6400	16
1600	3200	15
800	1600	14
400	800	13
200	400	12
100	200	11
50	100	10
25	50	9
13	25	8
6,4	13	7
3,2	6,4	6
1,6	3,2	5
0,8	1,6	4
0,4	0,8	3
0,2	0,4	2
0,1	0,2	1
0	0,1	0

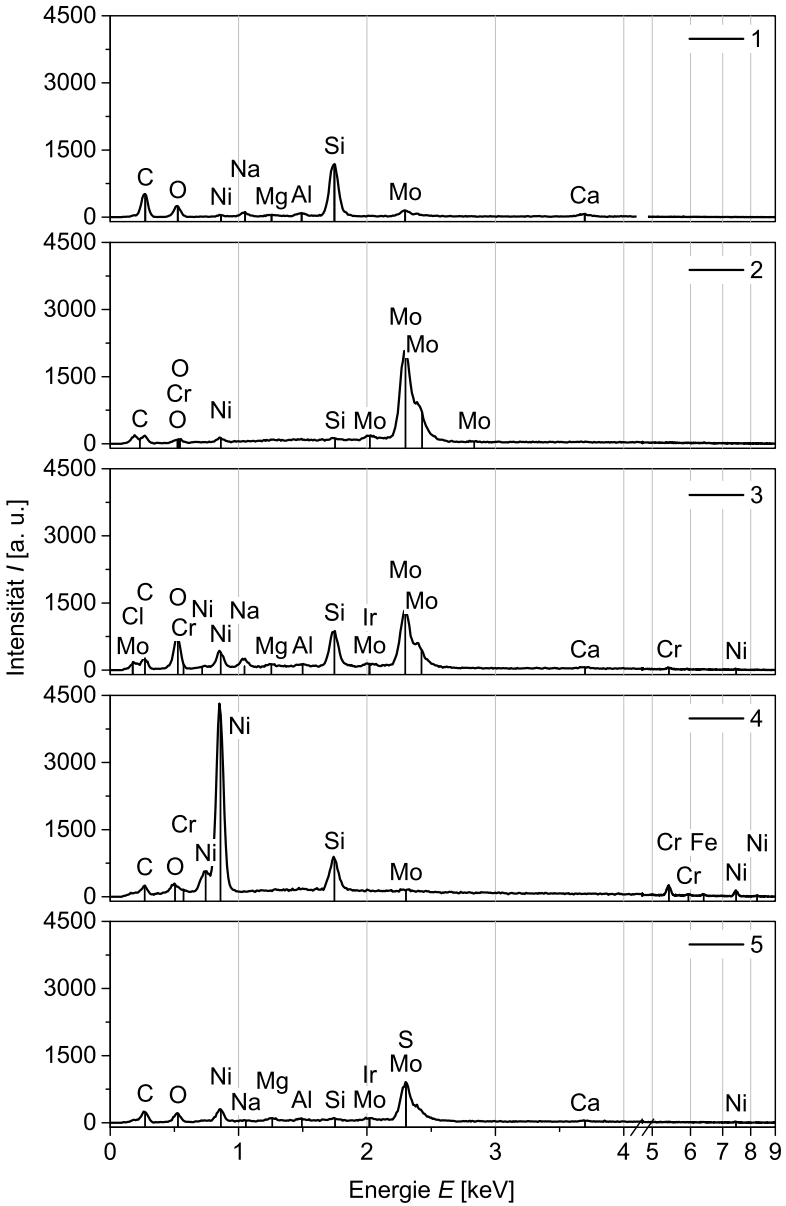


Abb. A.1 REM-EDX Spektren mit Kennzeichnung der Maxima.

A.2 zu Teil II: Herleitung der Hilfsfunktion für den Mandhala-Magneten

Die Entwicklung der Hilfsfunktion geht auf Raich und Blümler zurück [65]. Sie legten die Magnetanzahl n innerhalb des Mandhalarings als ein Vielfaches von acht fest. Später zeigten Soltner und Blümler [74], dass n auf eine durch vier teilbar Anzahl erweiterbar ist. In beiden Fällen entsteht jedoch ein unterschiedliches Anordnungsbild, siehe Abb. A.2, und die Vorgehensweise von Raich und Blümler muss für den Fall $n = 12, 20, 28$, usw. angepasst werden. Die folgende Ausführung geht auf das ursprüngliche Verfahren ein und erweitert ihn. Die Methode unterscheidet sich von der im Abschnitt 7.1.2.

Die Magnetzentrenkoordinaten ${}^c\mathbf{p}_i$ sind laut [65] definiert als

$${}^c\mathbf{p}_i := \begin{pmatrix} {}^c y_i \\ {}^c z_i \end{pmatrix} = r \cdot \begin{pmatrix} \sin(i\alpha) \\ \cos(i\alpha) \end{pmatrix}, \quad (\text{A.1})$$

mit $i = 0, 1, \dots, n-1$ und $\alpha = \frac{2\pi}{n}$.

Die Eckkoordinaten der Würfelmagneten lauten

$$\begin{aligned} {}^1\mathbf{p}_i &:= {}^c\mathbf{p}_i + \frac{a}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} \cos \xi_i \\ \sin \xi_i \end{pmatrix} & {}^2\mathbf{p}_i &:= {}^c\mathbf{p}_i + \frac{a}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} -\sin \xi_i \\ \cos \xi_i \end{pmatrix} \\ {}^3\mathbf{p}_i &:= {}^c\mathbf{p}_i + \frac{a}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} -\cos \xi_i \\ -\sin \xi_i \end{pmatrix} & {}^4\mathbf{p}_i &:= {}^c\mathbf{p}_i + \frac{a}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} \sin \xi_i \\ -\cos \xi_i \end{pmatrix} \end{aligned} \quad (\text{A.2})$$

mit $\xi_i = \frac{\pi}{4} - 2 \cdot \alpha i$.

Für $n = 8, 16, 24, \dots$ besitzt der $n/8$ te Magnet entlang des Magnetzentrumumfangs die maximale Ausdehnung, wie in der Schemazeichnung der Magnete in Abb. A.2a deutlich wird. Dies bedeutet, dass der Zusammenhang zwischen den Koordinaten der benachbarten Würfel $j = n/8$ und $j = n/8 - 1$ eine Funktion der maximalen Seitenlänge a ist:

$${}^3\mathbf{p}_j = {}^4\mathbf{p}_{j-1} + \lambda \cdot ({}^1\mathbf{p}_{j-1} - {}^4\mathbf{p}_{j-1}), \quad (\text{A.3})$$

mit $j = n/8 \in \mathbb{N}$. Abbildung A.3a zeigt die detaillierte Darstellung des Schnitts der beiden verwendeten Magnete und die Definition der Abstände λ und δ . Gleichung A.3 besitzt zwei Unbekannte: λ und a/r . Sie wird zunächst nach λ aufgelöst. Anschließend ist es möglich, die y und z Komponenten der Koordinaten ${}^k\mathbf{p}_i$ mit $k = 1, 2, 3, 4$ (für die vier Ecken) einzusetzen und die Gleichung nach a/r aufzulösen.

Im Allgemeinen ist die auf den Magnetzentrenradius bezogene Magnetseitenlänge a^*/r wie folgt beschreibbar

$$a^*/r = va/r = 2 \cdot \Xi(n, \nu) \quad (\text{A.4})$$

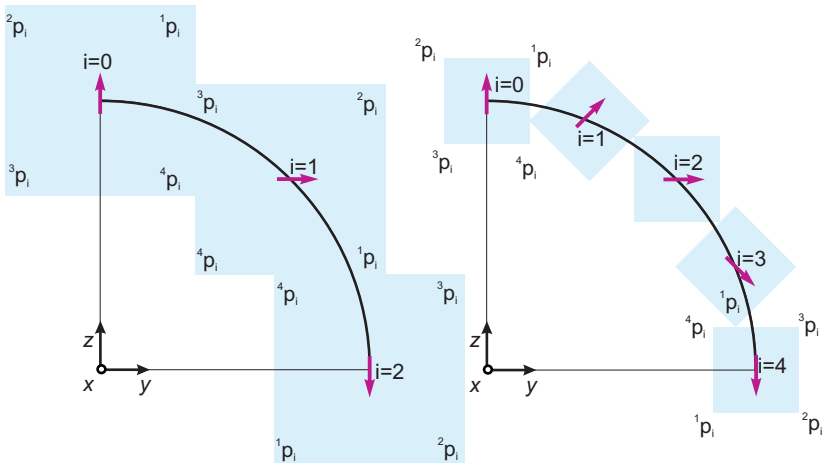
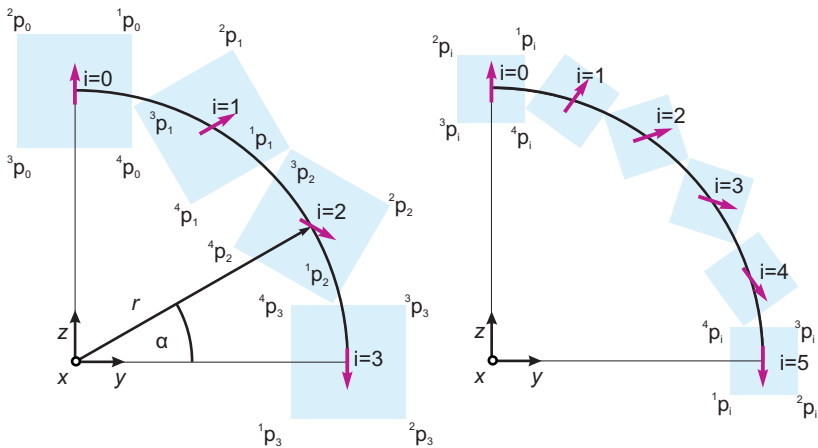
(a) Magnetanzahl pro Ring $n = 8$ und 16 .(b) Magnetanzahl pro Ring $n = 12$ und 20 .

Abb. A.2 Schematische Darstellung der Magnetkoordinaten innerhalb des Mandhalarings (Ausschnitt). Die Pfeile geben die Magnetisierungsrichtung an. Definition des Koordinatensystems und der verwendeten Symbole.

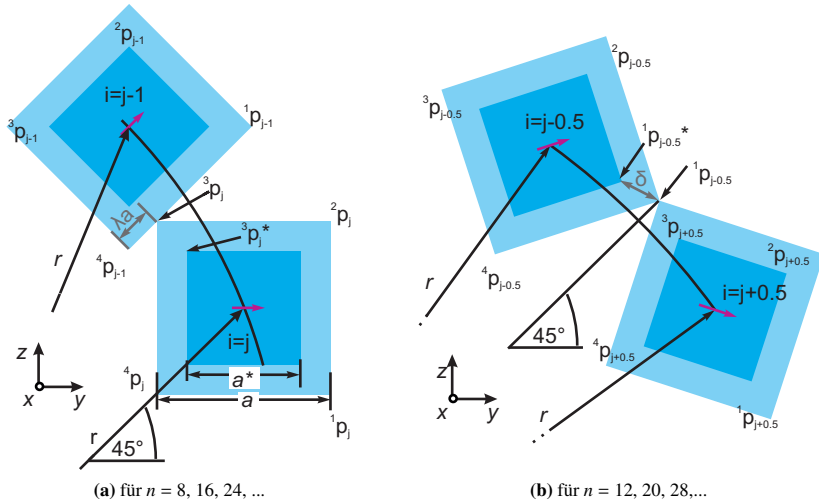


Abb. A.3 Detaillierte Schnittdarstellung der Magnetanordnung mit Koordinaten und Abständen $a\lambda$ und δ zwischen den benachbarten Punkten.

mit der Hilfsfunktion für $n = 8, 16, 20, \dots$:

$$\Xi(n = \{8, 16, 24, \dots\}; \nu) = \frac{\nu \cdot \left\{ \cos\left(\frac{2\pi}{n}\right) - \sin\left(\frac{2\pi}{n}\right) - \sqrt{2} \sin\left(\frac{\pi}{4} - \frac{4\pi}{n}\right) \right\}}{2 \cos\left(\frac{\pi}{4} - \frac{4\pi}{n}\right) + \sqrt{2}}. \quad (\text{A.5})$$

Da $j = n/8$ für $n = 12, 20, 28, \dots$, keine ganzzahligen Werte ergibt, ist Gl. A.3 nicht anwendbar. In diesem Fall haben die Magnete $(j + 0.5)$ und $(j - 0.5)$ die maximalen Ausdehnung entlang des Magnetzentrenumfangs. Sie berühren sich bei $\alpha = 45^\circ$, wie in Abb. A.2b und A.3b dargestellt. Aus diesem Grund lässt sich die Beziehung zwischen den beiden benachbarten Eckkoordinaten für $(n/8 - 0.5) \in \mathbb{N}$ wie folgt darstellen

$${}^1\mathbf{p}_{j-0.5} = {}^3\mathbf{p}_{j+0.5} \quad (\text{A.6})$$

mit $j = \frac{n}{8}$. Nach Einsetzen der Koordinatenkomponenten ${}^k\mathbf{p}_i$ ist Gl. A.6 nach a/r auflösbar und die Hilfsfunktion für $n = 12, 20, 28, \dots$ lautet

$$\Xi(n = \{12, 20, 28, \dots\}; \nu) = \frac{-\nu \sqrt{2} \sin(\pi/n)}{4 \sin^2(\pi/n) - 2}. \quad (\text{A.7})$$

A.3 zu Teil II: MATLAB Code

Mainfile

```

1 function optimizemass
2 % This programm finds the minimum of the the magnets mass function of ...
   the Halbach magnet
3 % using genetic algorithm
4
5 %% Definition of the variables within vector x
6 clear all;
7 global_time(0); %Sets the counter of the inputdlg function to zero
8
9 % x(1) magnet's side length [mm]: & $2\leq x_1=a\leq 60,$ &$a \in \dots
   \mathbb{N}\}$\
10 % x(2) number of magnet/ring: & $4 \leq x_2=n\leq 24\$&$n \in \{4;8;12;...
   \dots x_{3,i-1}+4\}\}$\
11 % x(3) number of magnetic rings: & $x_3=m\geq 1\$&$m \in \{2;4;\dots x_{4,i...
   -1)+2\}\}$\
12 % x(4) parallelized Halbach rings: &$1\leq x_4=n_H\leq 10\$&$n_H \in \dots
   \mathbb{N}\}$\
13 % x(5) arbitrary factor: & $0\leq x_5=\gamma\leq \infty\}$&\
14 % x(6) magnet's remanence [T]: &$x_6=B_r\$&\
15
16 %x=[a n m nH gamma B_r]
17 %solution is found in the range LB ≥ x ≥ UB
18
19 % options.WindowStyle='normal';
20 % options.Interpreter='tex';
21 % prompt='Enter lower bounds of a [mm]:','Enter upper bounds of ...
   a [mm]:';
22 % dlgt_title = 'a: magnet side length';
23 % num_lines = 1;
24 % def = {'2','60'};
25 % answera = inputdlg(prompt,dlgt_title,num_lines,def,options);
26 %
27 % prompt='Enter lower bounds of n [-]:','Enter upper bounds of n ...
   [-]:';
28 % dlgt_title = 'n';
29 % num_lines = 1;
30 % def = {'8','44'};
31 % answern = inputdlg(prompt,dlgt_title,num_lines,def,options);
32 %
33 % prompt='Enter lower bounds of m [-]:','Enter upper bounds of m ...
   [-]:';
34 % dlgt_title = 'm';
35 % num_lines = 1;
36 % def = {'2','12'};
37 % answerm = inputdlg(prompt,dlgt_title,num_lines,def,options);
38 %
39 % prompt='Enter lower bounds of nH [-]:','Enter upper bounds of ...
   nH [-]:';
40 % dlgt_title = 'nH';
41 % num_lines = 1;
42 % def = {'1','10'};

```

```

43 %     answerH = inputdlg(prompt,dlg_title,num_lines,def,options);
44 %
45 %     prompt={'Enter lower bounds of B_r [T]:','Enter upper bounds of ...
B_r [T]:'};
46 %         dlg_title = 'B_r';
47 %     num_lines = 1;
48 %     def = {'1.4','1.4'};
49 %     answerB_r = inputdlg(prompt,dlg_title,num_lines,def,options);
50 %
51 %
52 % lb=[str2double(answers(1)) str2double(answers(1))/4 str2double(...
    answerm(1))/2 str2double(answerH(1)) 0 str2double(answerB_r(1)) ...
    ]; %lower bounds
53 % ub=[str2double(answers(2)) str2double(answers(2))/4 str2double(...
    answerm(2))/2 str2double(answerH(2)) 0.1 str2double(answerB_r(2))...
    ];%upper bounds
54
55 lb=[2 8/4 2/2 1 0 1.4 ]; %lower bounds
56 ub=[60 24/4 12/2 24 0.1 1.4];%upper bounds
57 %subject to the linear inequalities A x ≥ b
58 A=[];%empty
59 b=[];%empty
60 %subject to the linear inequalities Aeq x = beq
61 Aeq=[];%empty
62 beq=[];%empty
63
64 %% Optimization
65 options.Resize='on';
66 options=gaoptimset(...
67     'populationsize', 600,...
68     'PlotFcns', {@gplotbestf,@gplotbestindiv},...
69     'Generations', 500,...
70     'TolFun', 10E-1000,...
71     'TolCon', 10E-5000,...
72     'EliteCount', 10,...
73     'StallGenLimit', 100,...
74     'CrossoverFraction', 0.6);
75
76 rng(0, 'twister');%initialize with random numbers
77
78 [xbest, Mbest, exitflag, output]=...
79     ga(@Fitfnc, 6, A, b, Aeq, beq, lb, ub, @MConstraints, 1:4, options...
    );
80
81 %% Results
82
83 [c, ceq, Xi, f, Arequired, lrequired, Brequired, s] = MConstraints(...
    xbest);
84
85 clear A Aeq b beq;
86
87 l=2*(s(xbest(3))+Xi*(xbest(1)/(2*Xi)));
88 radius=xbest(1)/(2*Xi);
89 A=(pi*(1-sqrt(2)*Xi)^2.*(xbest(1)*0.1/(2*Xi)).^2.*xbest(:,4));
90 Bz=((3/pi.*xbest(:,2)).*4*Xi^3).*f.*xbest(:,6));
91 clear c ceq Xi f lb ub output options;
92 mass=['magnet mass is: ', num2str(Mbest), ' kg.'];

```

```

93 mfd=['magnetic flux density at +/-l_x/2 is: ', num2str(Bz), ' T, ...
    required: ', num2str(Brequired), ' T.'];
94 mlength=['magnet length in x direction is: ', num2str(l), ' mm'];
95 area=['filter area is: ', num2str(A), ' cm^2, required: ', num2str(...
    Arequired), ' cm^2.'];
96 a=['a= ', num2str(xbest(1)), ' mm'];
97 n=['n= ', num2str(xbest(2)*4)];
98 m=['m= ', num2str(xbest(3)*2)];
99 nH=['nH= ', num2str(xbest(4))];
100 gamma=['gamma= ', num2str(xbest(5))];
101 r=['r= ', num2str(radius), ' mm'];
102 msgbox([mass,mfd,mlength,area,a,n,m,nH,gamma,r],'Results of the ...
    optimization');

```

Zielfunktion

```

1 function M = Fitfcn(x)
2 %% F = Fitfcn(x) evaluates the fitness function for the Global ...
    Optimization Toolbox. The fitness function is evaluated at the ...
    specified points x.
3 %% Definition of mass density of the magnetic material NdFeB [kg/mm^3]
4 rho= 7.52*10^-6;
5 %% Weight [kg]
6 M=rho.*x(:,1)^3.*x(:,3).*2.*x(:,2).*4.*x(:,4);

```

Randbedingungen

```

1 function [c, ceq, Xi, f, Arequired, lx, Brequired, s] = MConstraints(x...
    )
2 %% Definition of Process parameters (User Input required)
3 y=global_time2;
4 nu=1; %reduction factor
5 if y==0
6     global_time(1); %Sets the counter of the inputdlg function to one
7     prompt = {'Enter required volume throughput [l/min]:',...
8         'Enter maximum flow velocity [mm/s]:',...
9         'Enter required filter length [mm]:',...
10        'Enter magnetic field required at filter length [T]:'};
11     dlg_title = 'Input of process parameters';
12     num_lines = 1;
13     def = {'0.5','5','160','0.34'};
14     answer = inputdlg(prompt,dlg_title,num_lines,def);
15     [Vp, v0max, lx, Brequired]=defineparameters(answer);
16 else
17     [Vp, v0max, lx, Brequired]=defineparameters2;
18 end;
19 %% Initialize the function $f(x)=\sum_{i=1}^{\lfloor m/2 \rfloor} \dots
20 {[1+((x-s_i)/r)^2]^{5/2}+[1+((x+s_i)/r)^2]^{5/2}}$
21 f=0;

```

```

22 %% Definition of helpfunction Xi
23 switch x(:,2)
24     case {2;4;6;8;10}
25         Xi=nu*(cos(2*pi./(x(:,2).*4))-sin(2*pi./(x(:,2).*4))...
26             -sqrt(2)*sin(pi/4-4*pi./(x(:,2).*4)))/...
27             (2*cos(pi/4-4*pi./(x(:,2).*4))+sqrt(2));
28     case {3;5;7;9;11}
29         Xi=nu*sqrt(2)*sin(pi/(x(:,2).*4))/(2*cos(2*pi/(x(:,2).*4)));
30     otherwise
31         warning('Unexpected number of magnets/ring n.');
```

```

32 end;
33 %% Initialize a vector $s_i =r*(a/r\cdot(i+i\gamma-0.5\gamma -1))$
34 s=zeros((x(:,3)), 1);
35 for i=1:(x(:,3))
36     hf=f;
37     s(i)=(0.5*x(5)+Xi+(i-1)*(x(5)+2*Xi))*(x(1)/(2*Xi));
38     f=hf+(1+((1x/2-s(i))/(x(1)/(2*Xi)))^2)^(-5/2)...
39         +1+((1x/2+s(i))/(x(1)/(2*Xi)))^2)^(-5/2);
40 end;
41 c(1)=Brequired-(3/pi.*x(:,2).*4*Xi^3.*f.*x(:,6));
42 Arequired=Vp*10^3/(60*v0max*0.1); %[cm^3] filter area
43 c(2)=Arequired-(pi*(1-sqrt(2)*Xi)^2.*(x(1)*0.1/(2*Xi)).^2.*x(4));
44 ceq = [];
```

Hilfsfunktionen

```

1 function [globalvar]=global_time(num)
2 global globalvar
3 if nargin > 0
4     globalvar = num;
5 end;
```

```

1 function [globalvar]=global_time2
2 global globalvar
3 if nargin > 0
4     globalvar = num;
5 end;
```

```

1 function [Vp, v0max, lx, Brequired]=defineparameters(answer)
2 global Vp v0max lx Brequired;
3 if nargin > 0
4     Vp=str2double(answer(1,1)); %[1/min] required volume throughput
5     v0max=str2double(answer(2,1)); %[mm/s] maximum flow velocity
6     lx=str2double(answer(3,1)); %[mm] required filter length
7     Brequired=str2double(answer(4,1)); %[T] magnetic field required at...
8     filter length
9 end;
```

```
1 function [Vp, v0max, lx, Brequired]=defineparameters2
2 global Vp v0max lx Brequired;
3 if nargin > 0
4     Vp=str2double(answer(1,1)); %[l/min] required volume throughput
5     v0max=str2double(answer(2,1)); %[mm/s] maximum flow velocity
6     lx=str2double(answer(3,1)); %[mm] required filter length
7     Brequired=str2double(answer(4,1)); %[T] magnetic field required at...
        filter length
8 end;
```