

Magnettechnologie für μl bis m^3 – Anwendungsbeispiele von Magnetseparatorentwicklungen aus dem ITC-WGT

M. Franzreb, ITC

Einleitung

Das Institut für Technische Chemie, Bereich Wasser- und Geotechnologie (ITC-WGT) am Forschungszentrum Karlsruhe, beschäftigt sich seit über zehn Jahren mit der Entwicklung und Anwendung von Magnetseparatoren. Grundlage für alle Typen von Magnetseparatoren bildet dabei die Eigenschaft magnetischer Felder auf Materie eine Kraft auszuüben. Der allgemeine Zusammenhang für diese Magnetkraft F_m lautet:

$$F_m = \mu_0 V_p M_p \nabla H$$

mit der Permeabilitätskonstante des Vakuums μ_0 , dem Partikelvolumen V_p , der Partikelmagnetisierung M_p und dem Gradienten der magnetischen Feldstärke am Ort des Partikels ∇H . Da die Art der abzutrennenden Partikel in der Regel vorgegeben ist, bilden die Einflussgrößen auf die innerhalb eines Separators erzielbare Magnetkraft die vorherrschende Feldstärke und insbesondere deren Gradient. Die Herausforderung bei der Entwicklung von Magnetseparatoren besteht daher in der gezielten Generierung ausreichend starker Magnetfeldgradienten innerhalb des Arbeitsvolumens einerseits und der strömungstechnischen Optimierung andererseits. Im Falle großer Arbeitsvolumina von Litern bis hin zu m^3 , wie sie in Magnetseparatoren bei der Erzaufbereitung oder der Partikelseparation in metallverarbeitenden Betrieben anfallen, ist das in den Siebziger Jahren des letzten Jahrhunderts entwickelte Prinzip der Hochgradienten-Magnetseparation (HGMS) unter dem genannten Gesichtspunkt sicherlich bis zum heutigen

Zeitpunkt die effektivste Methode [1]. Bei der HGMS wird in den Bereich eines äußeren Magnetfeldes eine mit einer ferromagnetischen Abscheidematrix gefüllte Filterkammer eingebracht. Diese Abscheidematrix besteht zum Beispiel aus einer lockeren Packung grober Stahlwolle oder einem Stapel Drahtnetze. Die Matrixdrähte bündeln das äußere Magnetfeld in ihrer Umgebung und schaffen so nahe ihrer Oberfläche Bereiche, die auf para- sowie ferro- bzw. ferromagnetische Partikel stark anziehend wirken. Durchströmt eine Suspension derartiger Partikel den Separator, werden diese selbst für Partikelgrößen im Sub-Mikrometerbereich innerhalb der Matrix zurückgehalten und die gereinigte Flüssigkeit verlässt das System.

Magnetseparation im Kubikmeter-Maßstab

Während das Grundprinzip der HGMS seit ca. 40 Jahren bekannt ist, ist die technische Umsetzung bis heute Gegenstand intensiver Forschungs- und Entwicklungstätigkeiten. Ausgehend von den Anforderungen an magnetische Verfahren in der Wassertechnologie wurde am ITC-WGT ein kontinuierlich arbeitender Karussellmagnetseparator patentiert [2] und in Form verschiedener Prototypen getestet [3, 4]. Im Rahmen einer Präsentation des Separators auf der Hannovermesse 1997 kam es zu einem ersten Kontakt mit der Firma Steinert. Die Firma Steinert ist ein traditionsreiches und innovationsgeprägtes Unternehmen, das insbesondere in den Bereichen Metallrecycling sowie Abfallaufbereitung tätig ist. Der 1889 in Köln gegründete Familienbetrieb be-

schäftigt heute rund 150 Mitarbeiter und ist u. a. über Tochtergesellschaften, Joint Ventures und Lizenznehmer weltweit präsent.

Der ursprüngliche Wunsch der Firma war es, eine Lösung für die Abwasserprobleme des Tochterunternehmens Metalloxyd zu finden. Schon bald entstand aber der Gedanke einer gemeinsamen Entwicklung des Magnetseparators bis zur Marktreife. Dennoch benötigte es weitere eineinhalb Jahre und zweier Diplomarbeiten, bis 1999 ein auf die Dauer von drei Jahren ausgelegtes Technologietransferprojekt beginnen konnte. Der im Laufe des Projekts in der Hauptwerkstatt des Forschungszentrums gefertigte Karussellmagnetseparator demonstrierte seine Effizienz u. a. zur weitergehenden Phosphatelimination in der Kläranlage des Forschungszentrums [4], er veranschaulichte letztendlich aber auch die mechanische Komplexität und damit Störanfälligkeit des Systems. Als Konsequenz aus diesen Beobachtungen konzentrierten sich die weiteren Arbeiten auf das gemeinsam erdachte Prinzip eines starren Aufbaus des Separators in Kombination mit einem schaltbaren Permanentmagneten [5]. Ein schaltbarer Permanentmagnet entsprechender Größe und Stärke war hierbei vollkommen neu und führte im Jahr 2001 zu einer erfolgreichen Patentanmeldung [6] des Hochgradient-Magnetfilters, kurz HGF. Ein erster Prototyp war im Jahr 2002 fertig gestellt und wurde u. a. für Prozessflüssigkeiten der Stahl- und Automobilindustrie erprobt. Im Folgenden wird die Funktionsweise und eine typische Anwendung des HGF kurz erläutert.

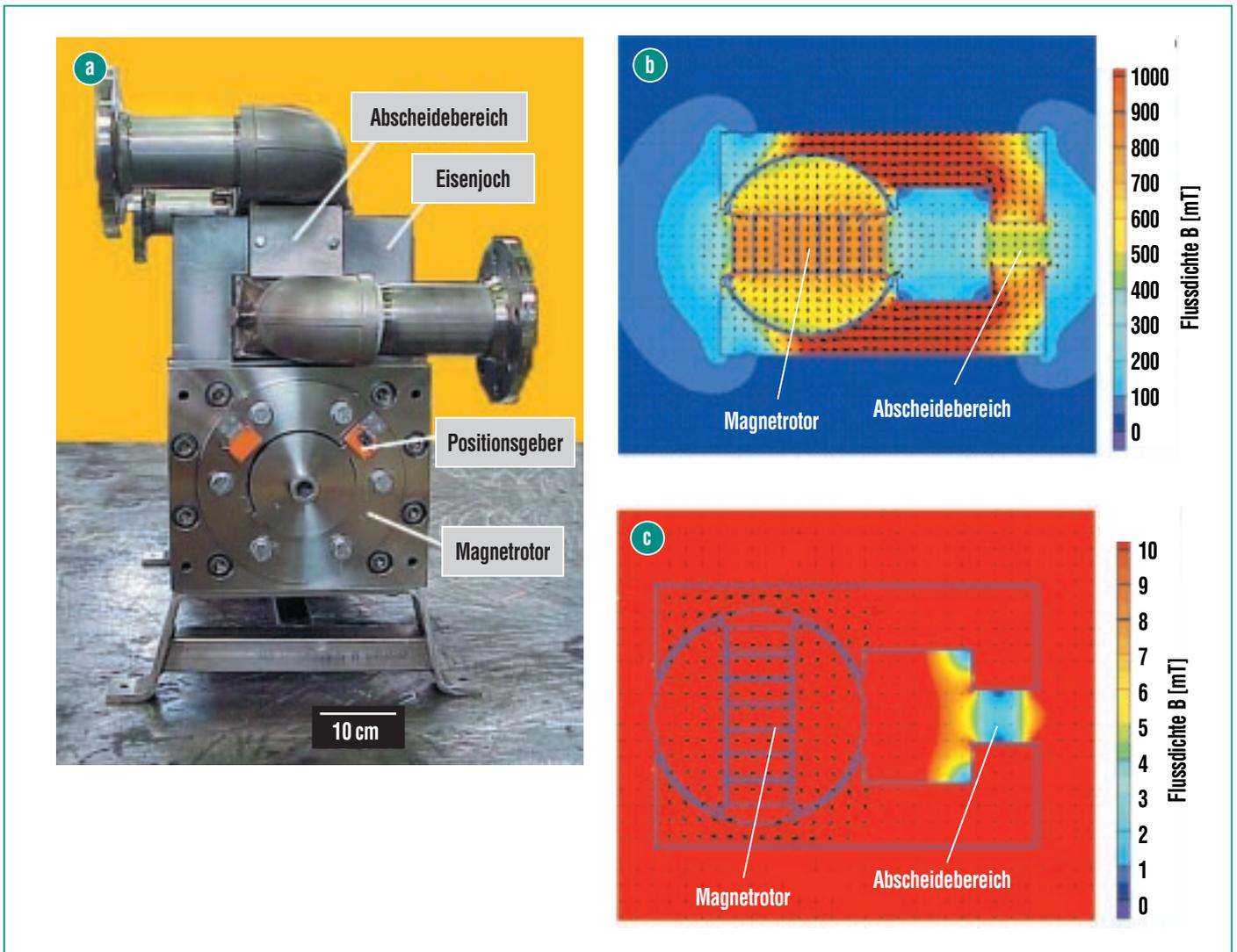


Abb. 1: a) Ansicht eines Schnitts durch einen Hochgradienten-Magnetseparator des Typs HGF. b) Mittels FEM berechnete Magnetfeldverteilung für den Schaltzustand des Rotors während des Filtrationsbetriebs bzw. c) während der Rückspülung.

Der HGF besteht aus einem Permanentmagnetrotor, der in einem Eisenkreis/Eisenjoch eingebaut ist (siehe Abb. 1a). Der Permanentmagnetrotor ist mit Magnetblöcken aus Neodym-Eisen-Bor, dem stärksten industriell genutzten Permanentmagnetmaterial, bestückt. Der Eisenkreis bildet ähnlich einem Hufeisenmagnet eine massive U-förmige Einheit zur Führung des magnetischen Flusses. Im oberen,

offenen Bereich befindet sich die Abscheidematrix. Im eingeschalteten Zustand bildet der zylindrische Permanentmagnet zusammen mit dem Eisenjoch einen gewöhnlich Magnetkreis, der im Bereich der Abscheidematrix ein Magnetfeld von ca. 450 mT erreicht (Abb. 1b). Im „ausgeschalteten“ Zustand ist der Permanentmagnetrotor um 90° um seine Längsachse gedreht (Abb. 1c). Hierdurch

liegt das wirkende Magnetfeld bei nur noch ca. 3–4 mT, d. h. das Verhältnis von ein- zu ausgeschaltetem Zustand beträgt über 100. Nord- und Südpol sind dann im direkten Bereich des Rotors kurzgeschlossen und die Abscheidematrix kann gespült werden. Durch erneutes Drehen des Rotors um 90° liegt das Magnetfeld im Bereich der Abscheidematrix wieder an

und ein neuer Filtrationszyklus beginnt.

Der erste Bautyp des HGF besitzt eine Abscheidematrix von 50 cm Länge und wird daher unter der Bezeichnung HGF 50 geführt. Je nach Einsatzbedingungen und Kundenanforderungen können mit ihm Durchsätze zwischen 3 und 160 m³/h erzielt werden. Werden noch höhere Durchsätze gefordert, sind inzwischen weitere Typen der Baureihe HGF verfügbar. Die derzeit größte Ausführung, der HGF 100-2, verfügt über zwei, links und rechts des Permanentmagnetrotors angeordnete Abscheidematrizes von je 1 m Länge. Abb. 2 zeigt einen HGF 100-2 während der Fertigung (a) sowie während des konkreten Betriebs unter den harten Einsatzbedingungen in einem Walzwerk (b).

Ein typisches Einsatzgebiet des HGF sind die Vorreinigungsstufen in Walzwerken. In der Vorreinigung werden dabei dem Ausgangsmaterial anhaftende Fette und Öle verseift sowie anhaftende Feinstpartikel aus Metall und Zunder ent-

fernt. Um die geforderten Qualitäten von unter 10 mg verbleibenden Feststoffen pro m² Blech zu erfüllen, ist dabei eine konstante Pflege der Entfettungsbäder notwendig. Die mittlere Korngröße der zu entfernenden Partikel liegt bei nur ca. 1,5 µm bei einem Eisenanteil des Gesamtfeststoffs von ca. 50 %. Durch den Einsatz eines HGF im Bypass konnte der Eisengehalt in den Tauchentfettungsbädern von ursprünglich über 200 mg/l auf im Mittel 50 mg/l reduziert werden. Noch entscheidender für den störungsfreien Betrieb der gesamten Entfettungsanlage ist jedoch der Schutz der Ultrafiltrationsanlage, die zur Entfernung feinsten Seifenpartikel eingesetzt wird. Durch den Einbau zweier HGF im Jahr 2005 konnte die Eisenkonzentration im Zulauf der Membranmodule um bis zu 90 % gesenkt werden. Die Ultrafiltrationsanlage bezieht ihren Zulauf dabei aus einem Zwischenbehälter, der direkt aus dem Filtrat des HGF gespeist wird. Die Magnetfilter arbeiten im Dauerbetrieb, nur unterbrochen durch eine wö-

chentliche manuelle Kontrolle und Reinigung von wenigen Minuten. Aktuelle Fortentwicklungen der HGMS-Technologie am ITC-WGT zielen vor allem in Richtung kleinerer Systeme für einen dezentralen Einbau sowie in Richtung spezieller Ausführungen zur Verbesserung der Filterabreinigung im Falle adhäsiver Komponenten in den Zuläufen.

Magnetseparation im Mikroliter-Maßstab

Das zweite Beispiel für einen erfolgreichen Transfer von am Forschungszentrum Karlsruhe entwickelter Magnettechnologie arbeitet in Flüssigkeitsvolumina, die ca. acht Größenordnungen geringer sind als die durch einen HGF bearbeiteten. Anstelle der Partikel-elimination aus 10 m³/h lag die Aufgabenstellung hier in einer automatisierbaren Abtrennung und Resuspendierung magnetischer Mikropartikel aus Probenvolumina bis hinab in den Bereich von 100 µl und darunter. Entsprechende Aufgabenstellungen finden sich im



Abb. 2: Fotos der derzeit größten Ausführung des Hochgradienten-Magnetseparators Typ HGF mit zwei Abscheidematrizes von je 1 m Länge. a) Zwei HGF 100-2 während der Fertigung. b) HGF 100-2 inklusive Verrohrung während des Einsatzes in einem Walzwerk.

Bereich der Probenaufbereitung für die Bioanalytik, Forensik und medizinische Diagnostik. In den genannten Gebieten ist oftmals eine Isolierung und Reinigung von Biomolekülen, wie z. B. Nukleinsäuren oder Proteinen, aus geringsten Probenmengen eine notwendige Voraussetzung für anschließende analytische Techniken [7, 8]. Ein Vergleich verschiedener Verfahren zur Probenaufbereitung zeigt rasch die Vorteile des Einsatzes funktioneller magnetischer Mikropartikel, sogenannter Magnetbeads, gegenüber klassischen Techniken wie Extraktion oder Adsorption an Festphasen.

Die Handhabung magnetischer Partikel mit Durchmessern von ca. 1 µm in Volumina bis zu wenigen Millilitern kann im Falle weniger Proben über einfache Handmagnete oder Magnettracks erfolgen. In den genannten Anwendungsgebieten ist aber oftmals die rasche Bearbeitung einer großen Probenanzahl notwendig. Bei dem Einsatz von automatisierten Handhabungsrobotern stellt sich dabei das Problem, dass neben einer Separation auch eine Überführung der Magnetpartikel in neue Lösungen und eine anschließende effiziente Resuspendierung gefordert sind. Diese, mittels klassischer Permanentmagnete nicht erreichbare, Kombination von Fähigkeiten wird durch ein am ITC-WGT in Zusammenarbeit mit der Firma chemagen Biopolymer-Technologie AG entwickeltes und patentiertes Separations- und Resuspensionsprinzip erreicht [9]. Das Prinzip wurde rasch nach seiner

Entwicklung durch die Firma chemagen Biopolymertechnologie AG in Lizenz genommen und bis zur Marktreife entwickelt. Einen Ausschnitt des resultierenden kommerziellen Produkts, dem chemagic Magnetseparations Modul I, zeigt Abb. 3.

Bei dem chemagic System wird die magnetische Separation der Partikel durch den Einsatz eines Elektromagneten in Kombination mit auswechselbaren „Separationsköpfen“ erreicht. Die Separationsköpfe verfügen über 12 oder 96 magnetisierbare Stäbe aus einem speziellen, weichmagnetischen Material. Zur Partikelseparation wird der Separationskopf abgesenkt, wodurch die Stäbe in die Probengefäße eintauchen. Durch Einschalten des Elektromagneten werden die Stäbe magnetisch und sammeln an ihrem Ende die Partikel ein (Abb. 4). Anschließend können die am Stab anhaf-



Abb. 3: Detailansicht des chemagic Magnetic Separation Module I der Firma chemagen. Zu sehen sind der Elektromagnet sowie der verfahrbare Separationskopf mit in diesem Fall zwölf magnetisierbaren sowie um ihre Achse rotierbaren Metallstäben. Durch Einfahren des Separatorkopfs in die Bohrung des eingeschalteten Magneten werden die Stäbe temporär magnetisiert, wodurch sich in Probenmaterial suspendierte magnetische Mikropartikel an den Stäben anlagern.

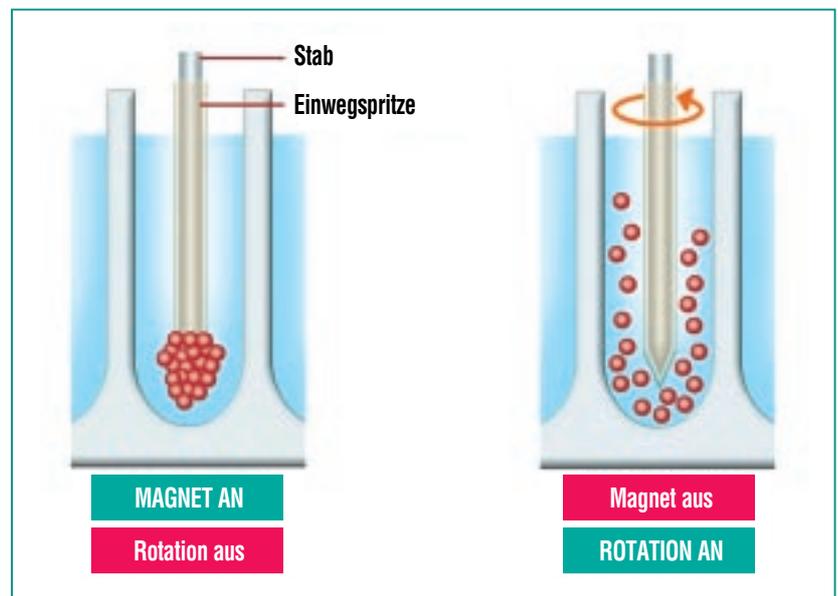


Abb. 4: Schematische Darstellung des Betriebszustands des chemagic Magnetseparations Modul I während der Partikelabscheidung bzw. -resuspension.

Anwendung	Ausgangsmedium	Proben- volumen	Referenz
Isolierung viraler Nukleinsäuren aus gepoolten Plasmaproben von Blutspendern zum Nachweis von Infektionserregern (z. B. Hepatitis)	Plasma	10 ml	[10, 11]
Isolierung genomischer DNA aus Vollblut zur HLA-Klassifizierung (Voraussetzung zur Identifizierung von Spendern für Stammzelltransplantationen)	Vollblut	2 ml	[12]
Isolierung viraler oder bakterieller Nukleinsäuren aus Patientenproben zum Nachweis unterschiedlicher Krankheitserreger (u. a. Chlamydien, Borrelien)	Blut, Plasma, Urin, Abstriche, Muttermilch, Stuhl	200 µl	
Hochdurchsatzanalyse der Scrapie-Anfälligkeit bei Schafen	Schafsblut	15 µl	[13]

Tab. 1: Anwendungen des chemagic Systems zur Hochdurchsatz-Probenaufbereitung.

tenden Partikelpellets durch Verfahren des Separationskopfs in neue Lösungen überführt werden. Zur Resuspendierung der Partikel werden der Magnet ausgeschaltet und gleichzeitig die Stäbe über einen Motor in schnelle Rotation um ihre Längsachse versetzt. Hierdurch kommt es zu einer raschen und zugleich schonenden Resuspendierung der Partikel.

Seit seiner Markteinführung im Jahr 2002 hat sich das chemagic System in zahlreichen Anwendungen bewährt, bei denen eine verlässliche Hochdurchsatz-Probenaufbereitung unbedingte Voraussetzung ist. Wie aus der kurzen Übersicht in Tab. 1 zu erkennen, erfordern Anwendungen wie die Untersuchung von Blutspenden nach viralen Infektionen oder die HLA-Typisierung im Rahmen der Identifizierung passender Stammzellen-Spender für Leukämieerkrankte eine extrem hohe Verlässlichkeit der eingesetzten Techniken.

Auch im Falle der Anwendung der Magnetseparation zur automatisierten Handhabung von Magnetpartikeln in kleinsten Volumina steht die Entwicklung nicht still. So erwies sich der Durchsatz des chemagic Systems von bis zu 4000 Proben pro Tag für viele Anwendungen als zu groß. Die jüngste Umsetzung des beschriebenen Magnetseparationsprinzips, der chemagic Prepito, beschränkt sich daher auf die parallele Bearbeitung von bis zu zwölf Proben, wobei in dieses neue System bereits eine automatisierte Dosierung der benötigten Pufferlösungen als Standard integriert ist [14].

Fazit

Der Einsatz moderner Magnettechnologie bietet vom µl- bis zum m³-Maßstab die Möglichkeit einer effizienten Elimination bzw. Handhabung magnetischer Feinstpartikel im Größenbereich weniger Mikrometer. Die Anwendungen rei-

chen dabei von der Verbesserung der Produktqualität und dem Schutz nachgeschalteter Systeme bis hin zu modernen Hochdurchsatztechnologien im Zusammenhang mit bioanalytischen oder medizinischen Fragestellungen. Die auf dem Gebiet der Magnettechnologie aktuellen und zukünftigen Arbeiten am ITC-WGT konzentrieren sich insbesondere auf das bisher wenig untersuchte technische Anwendungspotenzial funktioneller magnetischer Mikro- und Nanopartikel in den Bereichen Biokatalyse, Bioproduktaufreinigung sowie allgemein dem Bereich selektiver Sorptionsverfahren. Durch die Kombination funktioneller Magnetpartikel mit maßgeschneiderter Magnettechnologie eröffnet sich die Möglichkeit neuer, vereinfachter Prozesse mit verbesserter Kinetik und Ausbeute.

Literatur

- [1] R. Gerber, R.R. Birss, *High Gradient Magnetic Separation, Magnetic materials and their applications series*, ed. J.E. Thompson, Vol. 1, 1983, Chichester: Research Studies Press
- [2] M. Franzreb, et al., *Hochgradienten-Magnetabscheider* DE 19 626 999 21.08.1997
- [3] M. Franzreb, *Anwendung der magnetischen Separation zur Abwasserreinigung, Nachrichten Forschungszentrum Karlsruhe, Ausgabe 1/2001, p. 51–58*
- [4] M. Franzreb, W.H. Höll, *Phosphate removal by High-Gradient Magnetic Filtration Using Permanent Magnets, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 2000, 10(1): p. 923–926*
- [5] C. Hoffmann, M. Franzreb, W.H. Höll, *A novel high-gradient magnetic separator (HGMS) design for biotech applications, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 2002, 12(1): p. 963–966*
- [6] M. Franzreb, H. Leinen, G. Warlitz, *Hochgradienten-Magnetfilter und Verfahren zum Abtrennen von schwach magnetisierbaren Partikeln aus flüssigen Medien, DE10117659 9.4.2001*
- [7] M. Franzreb, et al., *Protein purification using magnetic adsorbent particles, Appl. Microbiol. Biotechnol., 2006, 70: p. 505–516*
- [8] I. Safarik, M. Safariková, *Magnetic nanoparticles and bioscience, Monatshefte für Chemie, 2002, 133: p. 737–759*
- [9] M. Franzreb, J. Wohlgemuth, *Verfahren zum Abtrennen eines dispergierten oder gelösten Stoffes und Magnetseparator, DE 10 057 396 4.4.2002*
- [10] L. Pichl, et al., *Magnetic bead technology in viral RNA and DNA extraction from plasma minipools, Transfusion, 2005, 45(July): p. 1106–1110*
- [11] M. Störmer, K. Kleesiek, J. Dreier, *High-Volume Extraction of Nucleic Acids by Magnetic Bead technology for Ultrasensitive Detection of Bacteria in Blood Components, Clinical Chemistry, 2007, 53(1): p. 104–110*
- [12] M. Verboom, et al., *High Throughput DNA Isolation by Chemagen Technology for HLA Registry Typing. in 20th European Immunogenetics Conference (EFI), 2006, Oslo, Norway*
- [13] R. Schubbert, S. Jacobs, *Hochdurchsatzanalyse der Scrapie-Anfälligkeit bei Schafen, Laborwelt, 2005, 3: p. 40–41*
- [14] *chemagen Biopolymer-Technologie AG (2007)*