

Schriftenreihe Lehrstuhl für Partikelverfahrenstechnik

Band 6

Philipp Grimm

**Entwicklung einer Prozesskette zum flüssig-flüssig
Phasentransfer nanoskaliger Partikeln**

D 466 (Diss. Universität Paderborn)

Shaker Verlag
Aachen 2018

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Partikelsynthese	7
2.1	Grundlagen zur Partikelsynthese	7
2.1.1	Partikelsynthese über nasschemische Fällung	8
2.1.1.1	Löslichkeit und Übersättigung	9
2.1.1.2	Partikelbildung	10
2.1.2	Modellsystem Magnetit	12
2.1.2.1	Struktureller Aufbau	12
2.1.2.2	Magnetische Eigenschaften	13
2.1.3	Partikel- / Partikelwechselwirkungen	16
2.1.3.1	Van der Waals Wechselwirkungen	17
2.1.3.2	Elektrostatische Wechselwirkungen	18
2.1.3.3	DLVO-Theorie	21
2.1.3.4	Suspensionsstabilisierung	22
2.1.4	Röntgendiffraktometrie (XRD)	23
2.2	Experimentelle Untersuchungen	26
2.2.1	Batch-Synthese	26
2.2.2	kontinuierliche Synthesen	27
2.2.2.1	quasi-kontinuierliche Synthese	28
2.2.2.2	voll-kontinuierliche Synthese	29
2.2.3	Reaktion und Versuchsführung	30
2.2.3.1	Batch-Synthese	32
2.2.3.2	kontinuierliche Synthesen	33
2.3	Kristallitgröße und -struktur	35
2.3.1	Probenvorbereitung	35
2.3.2	Versuchsdurchführung	37
2.3.3	Ergebnisse	37

3	Suspensionskonditionierung	41
3.1	Grundlagen zur Filtration	42
3.1.1	Kapillarmembrandialysatoren	42
3.1.1.1	Aufbau von Kapillarmembrandialysatoren	43
3.1.1.2	Kapillarmembrane	45
3.1.2	Querstromfiltration mit Membrandialysatoren	48
3.1.3	Druckverhältnisse in Membrandialysatoren	49
3.1.3.1	axialer Druckabfall	49
3.1.3.2	transmembraner Druckabfall	50
3.2	Experimentelle Untersuchungen	51
3.2.1	Experimenteller Aufbau	51
3.2.2	Betriebsweise	53
3.2.3	Untersuchte Membrandialysatoren	55
3.2.4	Korrelation zwischen Ausgangsvolumenstrom und Druckverhältnissen	56
3.2.4.1	Korrelation zwischen Filtratvolumenstrom und Manteldruck	60
3.2.4.2	Korrelation zwischen Ausgangsvolumenstrom und Kapillarausgangsdruck	61
3.2.5	Membranpermeabilität	62
3.2.5.1	Bellco, HF15G	62
3.2.5.2	Meditechlab MF7	65
3.2.5.3	inopor nano-EKR	67
3.2.6	Versuch zur Konditionierung im Batch-Betrieb	68
3.2.7	Reinigungsstrategie	71
3.3	Theoretische Untersuchungen	73
3.3.1	Numerische Modellierung	74
3.3.1.1	Einphasige Strömung	74
3.3.1.2	Zweiphasige Strömung	76
3.3.1.3	Transientes Modell	79
3.3.2	Simulationsmodell	80
3.3.3	Ergebnisse der numerischen Berechnungen	84
3.3.3.1	Einfluss der Diskretisierungsgenauigkeit	84
3.3.3.2	Einfluss der Kapillarlänge	85
3.3.3.3	Einfluss des Kapillardurchmessers	91
3.3.3.4	Einfluss des kapillaren Eingangsvolumenstroms	95

3.3.3.5	Einfluss der Membranpermeabilität	96
3.4	Dimensionsloses Filterkennfeld	98
3.4.1	Kapillarer Druckabfall	98
3.4.2	Filtratvolumenstrom	100
3.4.3	Ergebnisse für das Filterkennfeld	103
3.4.3.1	Kapillarer Druckverlust	104
3.4.3.2	Filtratvolumenstrom	107
4	Direkter Phasentransfer	109
4.1	Grundlagen	110
4.1.1	Stofftransport und Tensidsorption	111
4.1.1.1	Prozesse in der wässrigen Phase	112
4.1.1.2	Prozesse an der w/o-Grenzfläche	114
4.1.1.3	Prozesse in der organischen Phase	116
4.1.2	Stoffübergang in Tropensäulen	117
4.1.2.1	Tropfenbildungsphase	117
4.1.2.2	Tropfenabriss	118
4.1.2.3	Aufstiegs- bzw. Sinkphase der Tropfen	119
4.1.2.4	Tropfenkoaleszenz	120
4.1.2.5	Zusammenfassung	120
4.1.3	Röntgenstrahlung	121
4.1.3.1	Erzeugung von Röntgenstrahlung	121
4.1.3.2	Absorption von Röntgenstrahlung	123
4.1.3.3	Schwächungskoeffizienten	125
4.2	Experimenteller Aufbau - Phasentransfer	127
4.2.1	Sicherheitseinhausung	128
4.2.2	Transferkreislauf	128
4.2.2.1	Transfersäule	130
4.2.2.2	Kopf- und Fußteil	130
4.2.2.3	Kapillare	131
4.3	Messtechnik	132
4.3.1	Komponenten der Messstrecke	133
4.3.1.1	Röntgenquelle	133
4.3.1.2	Optikhalter	133
4.3.1.3	Röntgenlumineszenzfolie	134
4.3.1.4	Linearobjektiv (Gradientenindexlinse)	135
4.3.1.5	CCD-Linienkamera	138

4.3.2	Übertragungsverhalten der Messstrecke	140
4.3.3	Validierung der Messtechnik	142
4.3.3.1	Linearität des optischen Systems	142
4.3.3.2	Einschaltdauer der Röntgenquelle	145
4.3.3.3	Einfluss der Konzentration	146
4.4	Auswertung der CCD-Rohdaten	148
4.4.1	Detektion eines Tropfens	148
4.4.2	Tropfengröße und -frequenz	152
4.4.3	Tropfengeschwindigkeit	153
4.4.4	Optischer Vergrößerungsfaktor	154
4.5	Experimentelle Untersuchungen	159
4.5.1	Konzentrationsbestimmung	159
4.5.1.1	Experimenteller Aufbau	159
4.5.1.2	Einfluss des Reagenzglases	159
4.5.1.3	Bestimmung des Schwächungskoeffizienten des Stoffsystems	162
4.5.2	Phasentransferversuche	164
5	Zusammenfassung und Ausblick	169
	Literaturverzeichnis	172
	Abbildungsverzeichnis	183
	Tabellenverzeichnis	189
A	Anhang	190
A.1	Materialien	191
A.1.1	Partikelsynthese	191
A.1.2	Suspensionskonditionierung	193
A.1.3	Phasentransfer	199
A.2	XRD-Spektren	201