

**Charakterisierung der Mischung und Fällung bei  
kontinuierlichen sonochemischen Reaktoren unter  
besonderer Berücksichtigung der Reaktorform**

Von der Fakultät für Maschinenbau, Verfahrens- und  
Energietechnik der Technischen Universität Bergakademie  
Freiberg

genehmigte

**DISSERTATION**

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor-Ingenieur  
(Dr.-Ing.)

vorgelegt

von Dipl.-Ing. Birte Pohl

geboren am 22.04.1983 in Dortmund

Gutachter:  
Prof. Dr.-Ing. Urs Peuker, Freiberg  
Prof. Dr.-Ing. Gunther Brenner, Clausthal-Zellerfeld

Tag der Verleihung: 20.12.2012

1. Einleitung .....	1
2. Grundlagen .....	3
2.1.    Fällung.....	3
2.1.1. Abgrenzung Kristallisation - Fällung .....	3
2.1.2. Triebkraft für den Stoffübergang bei der Fällung .....	6
2.1.3. Teilprozesse der Feststoffbildung.....	9
2.1.4. Stabilisierung.....	22
2.2.    Mischung .....	25
2.2.1. Mischskalen .....	25
2.2.2. Relevanz des Mikromischens für die .....	
Fällungsreaktion.....	26
2.2.3. Mikromischzeit .....	28
2.3.    Ultraschall.....	29
2.3.1. Grundlagen des Ultraschalls .....	29
2.3.2. Wirkmechanismen des Ultraschalls.....	31
2.3.3. Einflussfaktoren.....	33
2.3.4. Einfluss von Ultraschall auf die Mikromischung.....	36
2.3.5. Einfluss von Ultraschall auf Kristallisations- .....	
prozesse.....	37
2.3.6. Theorie der numerischen Berechnungen zur .....	
Akustik und Ultraschall .....	39
3. Material und Methoden .....	43
3.1.    Analysemethoden .....	43
3.1.1. Dynamische Lichtstreuung (DLS).....	43
3.1.2. Rasterelektronenmikroskopie (REM).....	44
3.1.3. Transmissionselektronenmikroskopie (TEM).....	45
3.1.4. Röntgendiffraktometrie (XRD) .....	45
3.1.5. Stickstoffadsorption nach Brunauer-Emmet- .....	
Teller (BET).....	46
3.1.6. Alternating Gradient Magnetometer (AGM) .....	46
3.1.7. Villermaux-Reaktion .....	47
3.1.8. Weissler-Reaktion .....	49
3.2.    Verwendete Stoffsysteme .....	51
3.2.1. Bariumsulfat .....	51
3.2.2. Magnetit .....	54
3.3.    Anlage .....	56
3.3.1. Konischer Reaktorraum.....	57
3.3.2. Reaktor nach dem Kavitationsfeld .....	58
3.3.3. Mischzelle .....	59

4. Versuchsdurchführung.....	60
5. Strömungen in den Reaktoren / Modellvorstellung ....	61
6. Untersuchungen zur Einstellung .....	
optimaler Parameter .....	65
6.1. Optimierung der Volumenstromverhältnisse .....	65
6.2. Untersuchung des Eduktverhältnisses .....	67
6.3. Untersuchung der Konzentration bei konstantem Überschuss an Bariumionen.....	73
7. Untersuchungen im konischen Reaktor .....	76
7.1. Analyse der Mikromischqualität .....	76
7.2. Analyse der Kavitationsintensität .....	80
7.3. Fällung.....	82
7.4. Zusammenfassung konischer Reaktor.....	91
8. Optimierte Reaktorform: Reaktor nach der Kavitationsfeldform .....	92
8.1. Analyse der Mikromischqualität .....	92
8.2. Berechnung der Mikromischzeit.....	95
8.3. Analyse der Kavitationsintensität .....	99
8.4. Fällung.....	102
9. Partikelsystem Magnetit.....	124
9.1. Voruntersuchungen.....	124
9.2. Vergleich des konischen Reaktor mit dem Kavitationsfeldreaktor .....	125
10. Mischzelle – Vorstufe Scale Up .....	130
11. Zusammenfassung.....	138
12. Symbolverzeichnis .....	140
13. Literaturverzeichnis .....	144
14. Anhang .....	162
14.1. Kalibrierung des UV Detektors .....	162
14.2. Konstruktionszeichnungen der Reaktoren.....	163
14.3. Optimierung der Konzentration für die Villermaux- Reaktion .....	168

14.4.	Aufnahme des Schalldruckfeldes .....	171
14.5.	Optimierung der Edukte für die Fällungsreaktionen .....	173
14.6.	Modifikation der Kavitationsfeldform .....	174
14.6.1.	Einfluss des Einlasskapillarabstandes auf die Bariumsulfatfällung .....	175
14.6.2.	Einfluss des Einlasskapillarabstandes auf die Magnetitfällung .....	179
14.6.3.	Einfluss der Auslasslänge auf die Bariumsulfatfällung .....	182
14.6.4.	Einfluss der Temperatur auf die Bariumsulfatfällung .....	185
14.7.	Programme zur Berechnung der Keimbildung und des Kristallwachstums .....	190