

# **Flüssig-Flüssig-Phasentransfer von Nanopartikeln zur Herstellung von Organosolen – Stoffliche Parameter und Prozessparameter**

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. Stefanie Machunsky**

geboren am 13.02.1981 in Hannover

Gutachter:

Prof. Dr.-Ing. Urs A. Peuker, Freiberg

Prof. Dr.-Ing. Hans-Joachim Schmid, Paderborn

Tag der Verleihung: 08.03.2013

# Inhaltsverzeichnis

<b>Inhaltsverzeichnis</b> .....	<b>1</b>
<b>Abkürzungsverzeichnis</b> .....	<b>4</b>
<b>Symbolverzeichnis</b> .....	<b>5</b>
<b>1 Einleitung</b> .....	<b>7</b>
<b>2 Stand der Wissenschaft</b> .....	<b>9</b>
2.1 Organosole und Kolloide .....	9
2.2 Nanopartikel-Synthese .....	10
2.3 Phasentransfer von Nanopartikeln .....	11
2.4 Direkter Flüssig-Flüssig-Phasentransfer von Nanopartikeln ..	14
2.4.1 Partikelgröße .....	18
2.4.2 Transport der Nanopartikel .....	20
2.4.3 Kinetik des Phasentransfers .....	20
2.5 Adsorption .....	21
2.6 Einordnung der vorliegenden Arbeit .....	28
<b>3 Grundlagen der Elementarprozesse</b> .....	<b>29</b>
3.1 Stabilisierungsmechanismen .....	31
3.1.1 Dispersionen .....	31
3.1.2 Elektrostatische Stabilisierung .....	32
3.1.3 Sterische Stabilisierung .....	39
3.1.4 Adsorption .....	42
3.2 Sedimentation .....	49
3.2.1 Einzelpartikelsedimentation .....	49
3.2.2 Cluster-, Schwarm- und Zonensedimentation .....	51
3.2.3 Berechnung der Sedimentationsgeschwindigkeit .....	54
<b>4 Stoffliche Eigenschaften und Methoden</b> .....	<b>57</b>
4.1 Partikelsysteme .....	57
4.1.1 Magnetit .....	57
4.1.2 Weitere Partikelsysteme .....	63
4.2 Lösemittel .....	64

4.3	Oberflächenaktive Substanzen.....	64
4.4	Magnetit-Synthese .....	69
4.5	Suspensionskonditionierung.....	71
4.6	Phasentransfer .....	72
4.6.1	Batch-Prozess .....	72
4.6.2	Tropfensäulen-Prozess .....	76
4.7	Analytik .....	77
4.7.1	Magnetit-Ausbeute .....	77
4.7.2	Partikelgrößen-Bestimmung .....	79
4.7.3	Zetapotential-Messung .....	82
4.7.4	Röntgendiffraktometrie .....	83
4.7.5	Wasserbestimmung.....	83
4.7.6	Fourier-Transformation-Infrarot-Spektrometrie .....	83
4.7.7	Thermogravimetrische Analyse .....	84
4.7.8	BET-Messung .....	84
4.7.9	Grenzflächenspannungs-Messungen .....	84
4.7.10	Transmissionselektronenspektroskopie.....	85
<b>5</b>	<b>Ergebnisse.....</b>	<b>86</b>
5.1	Phasentransfer von Magnetit im Batch .....	86
5.1.1	Stoffparameter in der wässrigen Phase.....	86
5.1.2	Grenzflächenvorgänge .....	93
5.1.3	Stoffparameter in der organischen Phase .....	100
5.1.4	Qualität des Organosols.....	107
5.1.5	Betriebsparameter.....	127
5.2	Phasentransfer von Magnetit in der Tropfensäule .....	134
5.2.1	Stoffliche Parameter .....	135
5.2.2	Emulsionsbildung .....	137
5.3	Phasentransfer anderer Partikelsysteme.....	139
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung.....</b>	<b>141</b>
<b>7</b>	<b>Ausblick .....</b>	<b>145</b>
7.1	Prozessverständnis.....	145
7.1.1	Adsorption.....	145
7.1.2	Stabilisierung der Primärpartikel.....	146
7.1.3	Aufspaltung der Agglomerate .....	147

7.1.4 Übertragbarkeit auf andere Partikelsysteme.....	148
7.2 Großtechnische Umsetzung .....	148
<b>8 Literaturverzeichnis .....</b>	<b>149</b>
<b>9 Abbildungsverzeichnis .....</b>	<b>170</b>
<b>10 Tabellenverzeichnis .....</b>	<b>177</b>
<b>Anhang A: Berechnungen .....</b>	<b>178</b>
<b>Anhang B: Zusatz-Diagramme .....</b>	<b>181</b>
<b>Anhang C: Beobachtungen .....</b>	<b>183</b>
<b>Anhang D: FTIR-Spektren .....</b>	<b>184</b>
<b>Anhang E: Phasentransfer mit verschiedenen Partikelsystemen.....</b>	<b>187</b>