

# Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis	XVIII
Tabellenverzeichnis	XXII
1 Einleitung	1
1.1 Einleitung und Motivation	1
1.2 Ziel der Arbeit	3
2 Theorie und Grundlagen	5
2.1 Herstellung von Siliziumdioxid-Partikeln auf Basis des Sol-Gel-Prozesses	5
2.1.1 Der Sol-Gel-Prozess	5
2.1.2 STÖBER-Methode zur Herstellung von SiO <sub>2</sub> -Partikeln	6
2.1.2.1 Reaktionsschema der STÖBER-Methode	6
2.1.2.2 Partikelbildung und Partikelwachstum	7
2.1.2.3 Einflussfaktoren des Partikelherstellungsprozesses	9
2.2 Mischprozesse in Rührkesselreaktoren	11
2.2.1 Mischprozesse	11
2.2.2 Rührkesselreaktoren	11
2.3 Membranfiltration	14
2.3.1 Membranmaterialien	15
2.3.2 Prozessführung und Modulkonfigurationen in der Mikro- und Ultrafiltration	15
2.3.3 Einsatzbereiche der Querstromfiltration	16
2.3.4 Auslegung von Querstromfiltrationsprozessen	17
2.4 Miniplant-Technik	18
2.5 Numerische Strömungsmechanik	19
3 Material und Methoden	22
3.1 Methoden zur Herstellung und Aufarbeitung von Siliziumdioxid-Nanopartikeln	22
3.1.1 Partikelherstellung	22
3.1.1.1 Auswahl der Vorlagenreihenfolge der Reaktionsedukte	22
3.1.1.2 Auswahl des Prozesspunktes	23
3.1.1.3 Prozessschritte der Partikelherstellung in den eingesetzten Ansatzmaßstäben	24

3.1.1.4	Partikelherstellung im 0,1 L-Labormaßstab . . . . .	26
3.1.1.5	Partikelherstellung im 1 L- und 5 L-Miniplantmaßstab . . . . .	28
3.1.2	Partikelauflarbeitung durch Querstromdiafiltration . . . . .	31
3.2	Verfahren zur Partikelcharakterisierung . . . . .	35
3.2.1	Dynamische Lichtstreuung . . . . .	35
3.2.2	Rasterelektronenmikroskopie . . . . .	39
3.2.3	$\zeta$ -Potential . . . . .	40
3.2.4	Gravimetrie . . . . .	42
3.3	Verfahren zur Bestimmung von Stoffdaten . . . . .	42
3.3.1	Viskosimetrie . . . . .	42
3.3.2	Volumetrie . . . . .	43
3.4	Methode zur Bestimmung des Partikelwachstums mittels dynamischer Lichtstreuung . . . . .	44
3.4.1	Datenerfassung . . . . .	44
3.4.2	Datenauswertung . . . . .	45
3.5	Methode zur konduktometrischen Bestimmung von Hydrolyse und Kondensation . . . . .	50
3.5.1	Datenerfassung . . . . .	50
3.5.2	Datenauswertung . . . . .	50
3.6	Verwendete Simulationssoftware und Methodik . . . . .	54
4	<b>Ergebnisse und Diskussion</b> . . . . .	<b>57</b>
4.1	Anforderungen an das Anlagenkonzept . . . . .	57
4.2	Anlagenentwicklung und -realisierung . . . . .	59
4.2.1	Anlagenkomponenten und Prozessanalytik . . . . .	61
4.2.2	Prozessleittechnik und Prozessregelung . . . . .	76
4.3	Partikelherstellung in unterschiedlichen Reaktionsmaßstäben . . . . .	82
4.3.1	Reaktionsmaßstäbe und Maßstabsübertragung . . . . .	82
4.3.1.1	Geometrische Ähnlichkeit der Reaktionsmaßstäbe . . . . .	82
4.3.1.2	Auswahl und Anwendung des Übertragungskriteriums . . . . .	85
4.3.2	Partikelherstellung im Labor- und Miniplantmaßstab . . . . .	87
4.3.2.1	Übersicht der Versuchsreihen und Ziele . . . . .	87
4.3.2.2	Stoffdatenbestimmung . . . . .	88
4.3.2.3	Partikelherstellung im 0,1 L-Labormaßstab . . . . .	89
4.3.2.4	Partikelherstellung im 1 L-Miniplantmaßstab . . . . .	93
4.3.2.5	Partikelherstellung im 5 L-Miniplantmaßstab . . . . .	96
4.3.3	Vergleich der Reaktionsmaßstäbe . . . . .	98
4.3.3.1	Kontrolle der Partikelgröße . . . . .	98
4.3.3.2	Ergebnisse der reaktionskinetischen Untersuchung . . . . .	100
4.3.3.3	Bewertung des Übertragungskriteriums . . . . .	112
4.3.4	Einfluss des Dosierpunktes auf die Partikelherstellung . . . . .	116
4.4	Numerische Untersuchungen zur Maßstabsübertragung und zum Mischprozess . . . . .	121

4.4.1	Numerische Untersuchungen zum Übertragungskriterium $w_u = \text{idem}$ . . . . .	121
4.4.2	Numerische Untersuchungen zum Übertragungskriterium $P_v = \text{idem}$ . . . . .	129
4.5	Partikelauflagerung im Miniplantmaßstab . . . . .	132
4.5.1	Membranauswahl und Charakterisierung des Querstrommoduls . . . . .	133
4.5.2	Partikelauflagerung durch Querstromdiafiltration . . . . .	135
4.5.3	Vergleich von etablierter und realisierter Aufarbeitungsmethode . . . . .	142
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b> . . . . .	<b>145</b>
5.1	Zusammenfassung . . . . .	145
5.2	Ausblick . . . . .	147
<b>Anhang</b>		
<b>A</b>		<b>149</b>
A.1	Verwendete Chemikalien . . . . .	149
A.2	Stoffdaten . . . . .	149
A.3	Modellkonstanten . . . . .	150
A.4	Variation des numerischen Berechnungsgitters . . . . .	150
<b>Literaturverzeichnis</b>		<b>151</b>
<b>Erklärung</b>		<b>161</b>