



Hannah Sophia Rothberg (Autor)
Herstellung und Modifikation von Partikel-Polymer-Kompositen durch Wirbelschichtsprühgranulation und Sprühtrocknung

SPE INSTITUTE OF
SOLIDS PROCESS
ENGINEERING &
TUHH PARTICLE TECHNOLOGY

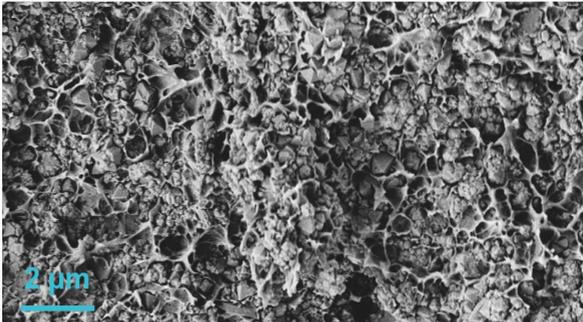
SPE-Schriftenreihe

27

Herausgegeben von Prof. Dr.-Ing. habil. Prof. E.h. Dr. h.c. Stefan Heinrich

Hannah Sophia Rothberg

**Herstellung und Modifikation von
Partikel-Polymer-Kompositen durch
Wirbelschichtsprühgranulation und
Sprühtrocknung**



Cuvillier Verlag Göttingen
Internationaler wissenschaftlicher Fachverlag

<https://cuvillier.de/de/shop/publications/9027>

Copyright:

Cuvillier Verlag, Inhaberin Annette Jentzsch-Cuvillier, Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen,
Germany

Telefon: +49 (0)551 54724-0, E-Mail: info@cuvillier.de, Website: <https://cuvillier.de>

Inhaltsangabe

Abstrakt	i
Danksagung	ii
Inhaltsangabe	iii
Symbole und Abkürzungen	vi
1. Einleitung	1
2. Stand der Technik	3
2.1 Verbundwerkstoffe: Bestandteile, Eigenschaften und Herstellungsverfahren	3
2.1.1 Komponenten von Verbundwerkstoffen	3
2.1.2 Arten von Verbundwerkstoffen	5
2.1.3 Grenzflächenwechselwirkungen in Verbundwerkstoffen	7
2.1.4 Mechanische Eigenschaften von Verbundwerkstoffen	8
2.1.5 Herstellverfahren biologisch inspirierter Verbundwerkstoffe	12
2.2 Wirbelschichtprozess	14
2.2.1 Grundlagen des Wirbelschichtprozesses	14
2.2.2 Partikelklassifizierung nach Geldart und Molerus	15
2.2.3 Grundlagen des Strahlschichtprozesses	17
2.2.4 Modelle zur Vorhersage der Minimalfluidisationsgeschwindigkeit	19
2.2.5 Wirbelschichtsprühgranulation	21
2.2.6 Herstellung von Kompositen durch Wirbelschichtsprühgranulation	22
2.3 Sprühtrocknungsprozess	23
2.3.1 Das Prinzip der Sprühtrocknung	23
2.3.2 Herstellung von Verbundwerkstoffen durch Sprühtrocknung	26
3. Ziel und Strategie der Arbeit	29
4. Materialien und Methoden	32
4.1 Materialien	32
4.2 Miniaturisierte Wirbelschicht	34
4.2.1 Fluidisationsversuche in der miniaturisierten Wirbelschicht	37
4.2.2 Bestimmung der DüsenEinstellung für die Beschichtungsversuche	38
4.2.3 Beschichtungsversuche in der miniaturisierten Wirbelschicht	41
4.3 Sprühtrocknungsprozess	42
4.3.1 Funktionalisierung der Al ₂ O ₃ -Partikel	42
4.3.2 Vorbereitung der Partikel-Polymer-Suspension	42

4.3.3	Sprühtrocknung mit dem Nanosprühtrockner B-90	42
4.3.4	Sprühtrocknung mit dem NIRO Atomizer Mobile Minor	45
4.4	Warmkompaktierung und Verarbeitung der Komposite	47
4.4.1	Produktion der Kompositpellets mittels Warmkompaktierung	47
4.4.2	Schleifen, Polieren und Zusägen der Kompositpellets	47
4.5	Charakterisierungsmethoden	49
4.5.1	Dichtebestimmung	49
4.5.2	Kompositzusammensetzung mittels Thermogravimetrie	49
4.5.3	Porosität der Kompositpellets	50
4.5.4	Fließfähigkeit	50
4.5.5	Oberflächenrauheit	51
4.5.6	Partikelgrößenverteilungen	51
4.5.7	E-Modul und Biegefestigkeit	52
4.5.8	Nanoindentation: E-Modul und Härte	53
4.5.9	Primärpartikel, Beschichtungsqualität und Kompositstruktur	54
4.5.10	Validierung der APTES-Funktionalisierung mittels FTIR	54
4.5.11	Validierung der Kompositvernetzung mittels Rücktitration	54
5.	Experimentelle Ergebnisse und Diskussion der Wirbelschichtgranulation	55
5.1	Fluidisationsverhalten von Aluminiumoxid- und Glaspartikel	55
5.1.1	Einfluss der Festbetthöhe und Vibration	61
5.1.2	Einfluss der Partikelgröße und Partikelgrößenverteilung	63
5.1.3	Einfluss der Partikeldichte	65
5.1.4	Optische Evaluation der Fluidisation	66
5.2	Sprühwinkelbestimmung für Beschichtungsversuche	69
5.2.1	Einfluss der Sprührate	69
5.2.2	Einfluss des Zerstäubungsgasvolumenstroms	69
5.2.3	Einfluss der Luftkappeneinstellung	70
5.3	Wirbelschichtgranulation – Al ₂ O ₃ -PVB-Komposite	74
5.3.1	Beschichtung von Al ₂ O ₃ A Partikeln mit PVB 30H	74
5.3.2	Beschichtung von Al ₂ O ₃ B Partikeln mit PVB 30H	77
5.3.3	Beschichtung von Al ₂ O ₃ C Partikeln mit PVB 30H	79
5.4	Zusammenfassung der Wirbelschichtversuche	82
6.	Experimentelle Ergebnisse und Diskussion der Sprühtrocknung	84
6.1	Charakterisierung des Beschichtungsprozesses im Nanosprühtrockner B-90	84

6.1.1	Versuchsplanung mittels Design of Experiments (DoE)	84
6.1.2	Einfluss der Prozessparameter auf die Produkteigenschaften	85
6.1.3	Mechanische Eigenschaften und Kompositstruktur	90
6.1.4	Zusammenfassung der Fe ₃ O ₄ -PVB-Versuche mit dem Nanosprühtrockner	96
6.2	Herstellung von Al ₂ O ₃ -Polymer-Kompositen mittels des Nanosprühtrockners	98
6.2.1	Al ₂ O ₃ -PVB 30 H-Komposite: Mechanische Eigenschaften und Struktur	98
6.2.2	Al ₂ O ₃ -PVB 75H-Komposite: Größen- und Formeinfluss der Partikel	106
6.2.3	Zusammenfassung der Al ₂ O ₃ -PVB-Versuche mit dem Nanosprühtrockner	117
6.3	Verwendung von funktionalisierten Partikeln	119
6.3.1	Kompositen aus funktionalisierten Fe ₃ O ₄ -Suprapartikeln und Vitrimer	119
6.3.2	Validierung der APTES-Funktionalisierung mittels FTIR-Spektroskopie	122
6.3.3	Versuche im Nanosprühtrockner B-90	124
6.3.4	Versuche im Laborsprühtrockner NIRO-Atomizer-Mobile	130
6.3.5	Zusammenfassung der Versuche mit funktionalisierten Partikeln	137
6.4	Zusammenfassung aller durch Sprühtrocknung hergestellten Komposite	139
7.	Zusammenfassung	141
	Literaturverzeichnis	143
	Anhang	152