

Martin Lucke

**Methode zur modellbasierten  
Auslegung der Kristallisation  
von Reinstoffen aus komplexen  
Feedgemischen**

Methode zur modellbasierten Auslegung der  
Kristallisation von Reinstoffen aus komplexen  
Feedgemischen

Dissertation

zur Erlangung des Doktorgrades  
der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)

vorgelegt von

Dipl.-Ing. Martin Lucke

aus Leipzig

genehmigt von der Fakultät für Mathematik/Informatik und  
Maschinenbau der Technischen Universität Clausthal

Tag der mündlichen Prüfung

01.02.2019

Vorsitzender der Prüfungskommission:

Prof. Dr. rer. nat. Alfred P. Weber  
Institut für Mechanische Verfahrenstechnik  
Technische Universität Clausthal

Hauptberichterstatler:

Prof. Dr.-Ing. Jochen Strube  
Institut für Thermische Verfahrenstechnik und Prozesstechnik  
Technische Universität Clausthal

Mitberichterstatlerin:

apl. Prof. Dr. rer. nat. Heike Lorenz  
Max-Planck-Institut für Dynamik komplexer technischer Systeme  
Magdeburg

Thermische Verfahrens- und Prozesstechnik

**Martin Lucke**

**Methode zur modellbasierten Auslegung  
der Kristallisation von Reinstoffen  
aus komplexen Feedgemischen**

D 104 (Diss. TU Clausthal)

Shaker Verlag  
Düren 2019

**Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek**

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: Clausthal, Techn. Univ., Diss., 2019

Copyright Shaker Verlag 2019

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-6672-2

ISSN 2193-6560

Shaker Verlag GmbH • Am Langen Graben 15a • 52353 Düren  
Telefon: 02421 / 99 0 11 - 0 • Telefax: 02421 / 99 0 11 - 9  
Internet: [www.shaker.de](http://www.shaker.de) • E-Mail: [info@shaker.de](mailto:info@shaker.de)



## Danksagung

Die vorliegende Dissertation ist während meiner Arbeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Thermische Verfahrenstechnik der Technischen Universität Clausthal entstanden. Allen Kollegen, Partnern und Freunden danke ich herzlich für die Unterstützung während der Durchführung und Fertigstellung der Arbeit.

Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Prof. Dr.-Ing Jochen Strube, der mir mit seiner Unterstützung und vielen kritischen Fragen geholfen hat, meine Arbeiten zum Ziel zu bringen.

Herrn Prof. Dr. rer. nat. Alfred P. Weber danke ich für die Übernahme des Vorsitzes der Prüfungskommission sowie Frau Prof. Dr. rer. nat. Heike Lorenz für die Anfertigung des Gutachtens.

Meine Arbeit wurde massgeblich über das Projekt SynFoBiA finanziert, welches im Zentrum für Pharmaverfahrenstechnik der Technischen Universität Braunschweig koordiniert wurde. Daher gebührt sowohl allen Projektverantwortlichen als auch den beteiligten Doktoranden und Mitarbeitern mein Dank.

Ein weiterer Dank gilt den Kolleginnen und Kollegen am Institut für Mechanische Verfahrenstechnik, am Institut für Nichtmetallische Werkstoffe sowie am Institut für Polymer- und Kunststofftechnik der TU Clausthal für die Ermöglichung von Tests zur Vermessung von Partikeln mit verschiedenen Geräten. Ebenso danke ich Herrn Dr. Behnke vom Institut für Mathematik für Erläuterungen zur Momentenmethode und der Gauss-Quadratur. Die offenen Türen für eine solche Zusammenarbeit findet man in dieser Form wahrscheinlich nur in Clausthal.

Meinen Kolleginnen und Kollegen danke ich für die freundschaftliche und kooperative Zusammenarbeit und viele Hinweise zu meiner Arbeit. Zu Beginn meiner Arbeiten war Iraj Koudous stets für meine Fragen offen. In der Endphase haben mir besonders Holger Thiess, Maximilian Huter und Maximilian Sixt mit vielen Diskussionsbeiträgen geholfen. Genauso geht mein Dank an die Doktorandinnen und Doktoranden der vorangegangenen Generationen, die wichtige Vorarbeiten geleistet haben.

Einen grossen Dank verdienen die technischen Mitarbeiter des Instituts für Thermische Verfahrens- und Prozesstechnik, Frank Steinhäuser, Wolfgang Otto, Roland Mecke, Martina Ketterer, Uwe Halling und Volker Strohmeier. Sie haben mich stets bei der Planung und Durchführung meiner Versuche unterstützt, bei der Entwicklung und dem Aufbau neuer Versuchsstände geholfen und meine Fragen mit ihrer Erfahrung beantwortet. Herrn Roland Zain danke ich für eine umfassende Beratung bei der Planung eines neuen Versuchsstandes sowie die anschliessende Fertigung der Bauteile. Ein ebenso grosser Dank geht an Claudia Lacheta für die Unterstützung in organisatorischen Fragen, auch bezüglich der Zusammenarbeit mit der Verwaltung der Universität.

Weiterhin danke ich den von mir betreuten Abschlussarbeitern M.Sc. Stephan Bräuchle und M.Sc. Jens Wiegmann sowie den studentischen Hilfskräften, die mit ihren experimentellen Arbeiten zu den vorliegenden Ergebnissen beigetragen haben.

Mein besonderer Dank gilt meinen Eltern, die mir das Studium ermöglicht haben und jederzeit als moralische Stütze zur Seite standen.

Winterthur, März 2019

Martin Lucke

# Inhaltsverzeichnis

<b>1.</b>	<b>Einleitung</b> .....	<b>1</b>
<b>2.</b>	<b>Modellierung der Kristallisation</b> .....	<b>4</b>
2.1	Konzept .....	4
2.2	Kristallwachstum und Reinheit.....	9
2.3	Modellentwicklung .....	11
2.4	Diskussion Modelltiefe und Genauigkeit .....	15
2.5	Lösungsmethoden für Populationsbilanzmodelle .....	18
<b>3.</b>	<b>Materialien und Methoden</b> .....	<b>22</b>
3.1	Allgemeines .....	22
3.2	Löslichkeit.....	23
3.3	Kristallwachstumskinetik .....	23
3.4	Keimbildungskinetik .....	26
3.5	Aufreinigung .....	27
3.6	Agglomeration und Bruch .....	27
<b>4.</b>	<b>Modellparameterbestimmung</b> .....	<b>29</b>
4.1	Fluiddynamik .....	31
4.2	Löslichkeit.....	34
4.2.1	Literaturübersicht .....	36
4.2.2	Auswertung .....	40
4.2.3	Berechnung zur Messabweichung.....	43
4.3	Wärmeübertragung.....	45
4.4	Kristallwachstumskinetik .....	46
4.4.1	Literaturübersicht .....	46
4.4.2	Auswertung .....	49
4.4.3	Berechnung zur Messabweichung.....	54
4.5	Aufreinigung .....	54
4.5.1	Literaturübersicht .....	54

4.5.2	Auswertung .....	56
4.6	Keimbildungskinetik .....	61
4.6.1	Literaturübersicht .....	61
4.6.2	Auswertung .....	61
4.7	Agglomeration und Bruch .....	64
4.7.1	Partikelmesstechnik .....	64
4.7.2	Versuchsergebnisse.....	70
4.7.3	Modellparameterbestimmung und Simulation.....	75
<b>5.</b>	<b>Modellvalidierung .....</b>	<b>78</b>
5.1	Validierung der Teilmodelle .....	78
5.2	Statistische Bewertung .....	78
5.3	Validierung des Gesamtmodells .....	81
5.4	Simulation zur Reinheit.....	86
<b>6.</b>	<b>Ausblick auf kontinuierliche Prozesse.....</b>	<b>89</b>
<b>7.</b>	<b>Diskussion .....</b>	<b>94</b>
<b>8.</b>	<b>Symbolverzeichnis .....</b>	<b>98</b>
<b>9.</b>	<b>Abbildungsverzeichnis.....</b>	<b>102</b>
<b>10.</b>	<b>Tabellenverzeichnis.....</b>	<b>105</b>
<b>11.</b>	<b>Literaturverzeichnis.....</b>	<b>106</b>