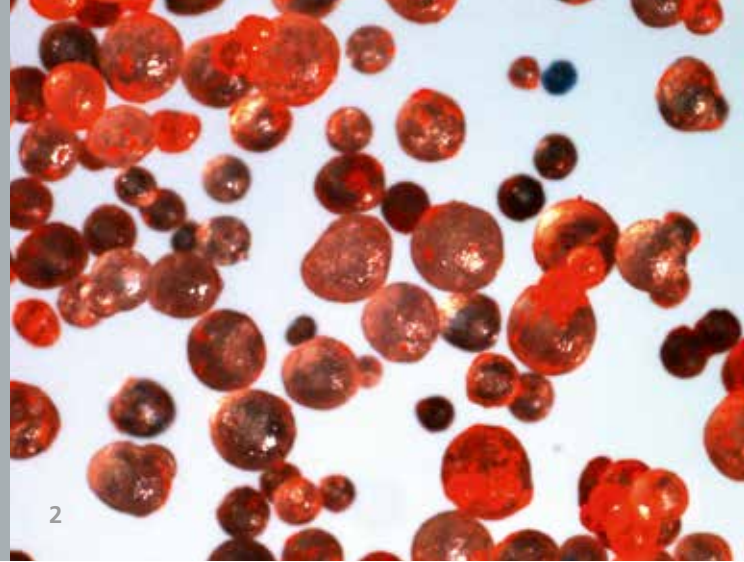
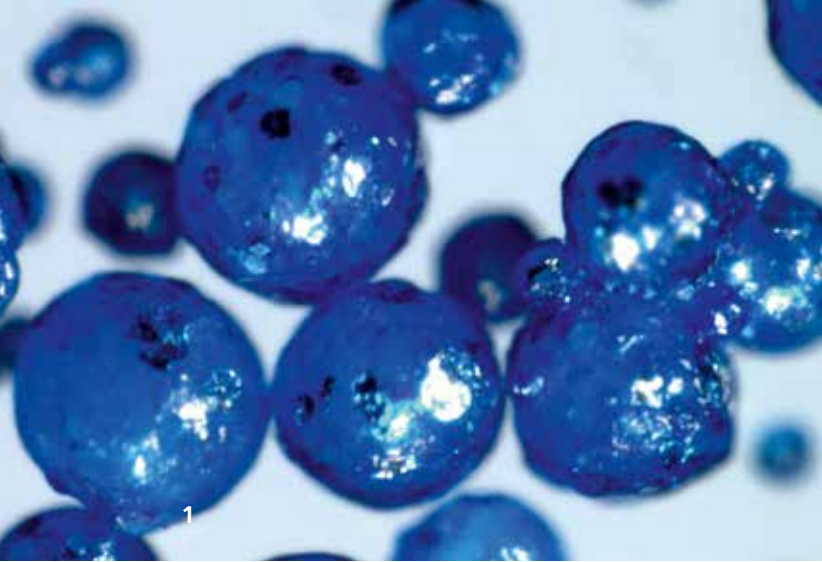


ENERGETISCHE MATERIALIEN – PARTIKELTECHNOLOGIE



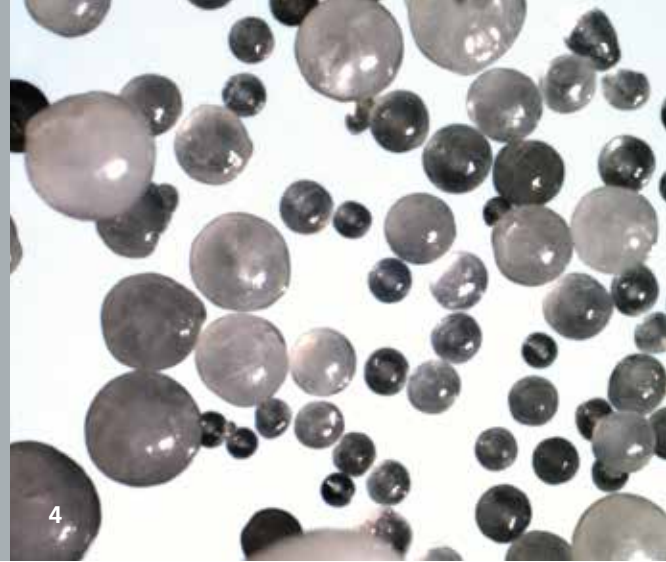
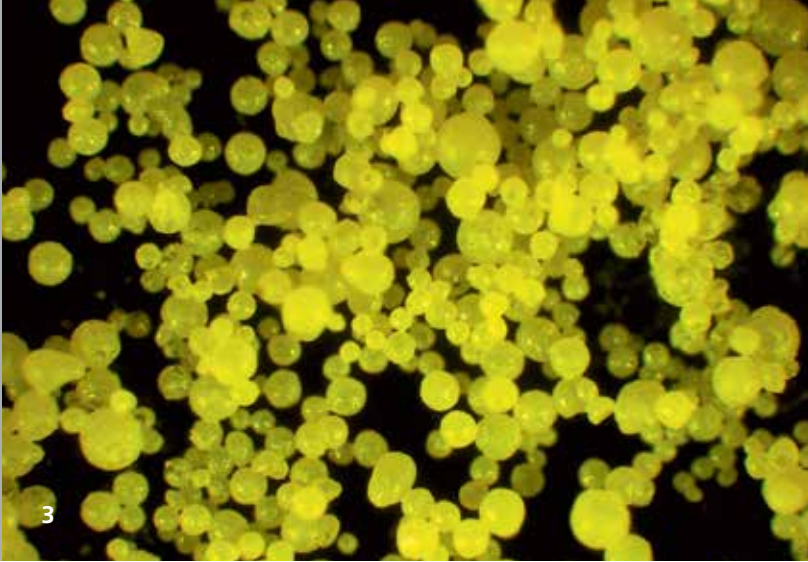


Aufgrund der Vielzahl der industriellen Produkte, die als Partikel vorliegen, ist die Partikeltechnologie von großer technischer und auch wirtschaftlicher Bedeutung. Seit vielen Jahren werden am Fraunhofer ICT die Produkteigenschaften energetischer Materialien mit Hilfe der Partikeltechnologie gestaltet. Die daraus resultierende Erfahrung mit partikulären Systemen erschließt neue Anwendungsgebiete und führt zu innovativen Problemlösungen.

Das Gebiet der Arbeitsgruppe Partikeltechnologie reicht von der Herstellung über die Charakterisierung bis hin zur Verarbeitung und Anwendung partikulärer Produkte. Im Bereich der Verteidigungsforschung werden energetische Komponenten veredelt und auf die speziellen Anforderungen in Treib- und Explosivstoffen zugeschnitten. Neben Trocknungs-, Kristallisations- und Mahlverfahren kommen Sprüh- und Emulsionsverfahren, Verfahren für Mikro- und Nanokomposite sowie Beschichtungstechniken zum Einsatz. Partikel- und Kristallstrukturanalyse ergänzen das Portfolio.

PARTIKEL UNTER SICHERHEIT

Seit vielen Jahren werden am Fraunhofer ICT Produkteigenschaften, insbesondere energetischer Materialien, mit Hilfe der Partikeltechnologie gestaltet. Zur Verarbeitung von explosionsempfindlichen, teuren und häufig hygroskopischen Stoffen ist eine spezielle Infrastruktur vorhanden, die vor allem den hohen Sicherheits- und Reinheitsanforderungen Rechnung trägt. Zur Realisierung der sicherheitsrelevanten Anforderungen sind die Anlagen fernbedienbar in explosionsgeschützten Sicherheitsarbeitsräumen installiert und werden mit konditionierter Prozessluft betrieben. Für die Herstellung und Modifizierung von Partikeln stehen, je nach Stoffsystem und erwünschten Partikelkollektiveigenschaften, verschiedene Verfahren zur Verfügung.



KRISTALLISATION

Das Know-how des Fraunhofer ICT im Bereich der Kühlkristallisation reicht von der Erarbeitung der Kristallisationsgrundlagen (Lösungsmittel-Screening, Ermittlung von Löslichkeitskurven) bis zur Neuentwicklung und Optimierung von Kristallisationsprozessen. Feststoffe mit geeignetem Schmelzverhalten und einer hinreichenden Stabilität in der geschmolzenen Phase lassen sich so beispielsweise mittels Emulsionskristallisations- bzw. Sprühkristallisationsverfahren in die bevorzugte sphärische Morphologie umformen. Ziel der angewandten Kristallisationsverfahren ist die Herstellung von so genannten »Smart Materials«, Partikel mit gewünschten Kollektiveigenschaften, wie einheitlicher Partikelgröße und Morphologie, erhöhter Reinheit und verbesserter mechanischer und chemischer Stabilität. Des Weiteren gewinnt die Herstellung von insensitiveen energetischen Materialien zunehmend an Bedeutung.

SMART MATERIALS

ADN-Prills

Der derzeit gefragte umweltfreundliche Oxidator Ammoniumdinitramid (ADN) wird mit Hilfe der Emulsionskristallisation zu Prills (spärliche Partikel) verarbeitet. ADN ist ein Oxidator für Treibstoffe mit einem Schmelzpunkt von 93 °C. Die Komponente wird mit Hilfe der Emulsionskristallisation zu so genannten ADN-Prills mit einer mittleren Partikelgröße von beispielsweise 120 µm verarbeitet. Hierbei ist zusätzlich eine chemische Stabilisierung des Rohmaterials erforderlich, welche porenfreie Prills mit guten Verarbeitungseigenschaften ermöglicht. Das Material wird beispielsweise für die Entwicklung moderner Antriebssysteme für Raumfahrzeuge eingesetzt. Es wird derzeit daran gearbeitet, den momentan noch eingesetzten Batch-Fertigungsprozess durch ein (quasi-) kontinuierliches Verfahren zu ersetzen. Damit würden die Herstellungskosten noch weiter sinken und Produktionen im technischen Maßstab kein Problem mehr darstellen.

PSAN

Ein weiteres Produkt des Fraunhofer ICT ist phasenstabilisiertes Ammoniumnitrat (PSAN), welches wie Ammoniumperchlorat als Oxidator in Festtreibstoffen für Raketenmotoren und in Gasgeneratoren eingesetzt wird. Die Herstellung erfolgt im Technikum durch Versprühen der mit Stabilisatoren angereicherten Schmelze bei Temperaturen von ca. 180–190 °C. Standardpartikelgrößen sind hierbei 30 µm, 50 µm bzw. 160 µm. Mit der vorhandenen Zerstäubungsanlage können Ansätze von 50 kg verarbeitet werden. Durch Einbau von Fremdionen in das Kristallgitter des Ammoniumnitrats können dessen Fest-Phasenumwandlungen unterbunden oder verändert werden, mit dem Ziel eines volumenstabilen Produkts.

1 + 2 *Beschichtete*

ADN-Prills.

3 *ADN/FOX-7 Komposite.*

4 *SCAN-Prills.*

TITELFOTO:

SCAN/Laropal®-Prills.



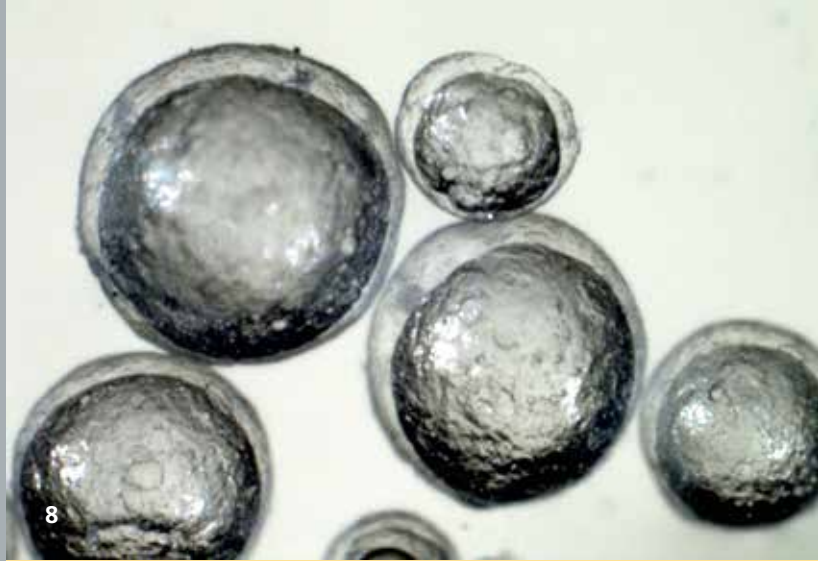
MAHLVERFAHREN

Nasszerkleinerung

Für Nassmahlungen stehen Zahnkranzdispergierer, eine Ringspaltkugelmühle (Hosokawa Alpine 50 RSK) und eine Korbmühle/Dissolver-Kombination (VMA-Getzmann DISPERMAT AE06-C1-Ex) zur Verfügung. Der Zahnkranzdispergierer deckt einen Partikelgrößenbereich von 10 bis 30 μm ab. Der DISPERMAT eignet sich zur Feinstmahlung oder Dispergierung hochviskoser Suspensionen. Vorteilhafterweise können für alle Geräte als Suspensionsmedium außer Wasser eine Vielzahl organischer Lösungsmittel und viele weitere Fluide verwendet werden. Durch spezielle Ex-Schutz-Anpassungen können so auch energetische Materialien, wie RDX, HMX, FOX-7 und FOX-12, mit Partikelgrößen von 1 bis 5 μm hergestellt werden. Zum anderen können nanoskalige Materialien, wie »Carbon Nanotubes« (CNTs), in nahezu beliebigen Medien dispergiert bzw. zu Gelen verarbeitet werden. Es ist somit beispielsweise möglich, brisantes Material in der weiterzuverarbeitenden Matrix zu zerkleinern und einen medienüberführenden Zwischenschritt einzusparen, der sich eventuell negativ auf die Dispersität ausüben könnte. Die Gefahr einer Kontamination wird dadurch sichtlich verringert.

Trockenzerkleinerung

Für Trockenmahlungen stehen eine Schwingmühle, Stiftmühle und eine Luftstrahlmühle zur Verfügung. Mit der Stiftmühle kann zum Beispiel Ammoniumperchlorat, Ammoniumnitrat oder Kaliumnitrat auf Partikelgrößen im Bereich von 5 bis 10 μm gemahlen werden. Dank der speziellen Infrastruktur am Fraunhofer ICT können mit der Luftstrahlmühle auch Stoffe wie der stark hygroskopische Oxidator Ammoniumperchlorat zerkleinert werden. Hierbei werden Partikelgrößen von 2 bis 3 μm mit sehr enger Partikelgrößenverteilung und Durchsätze von bis zu 10 kg pro Stunde erreicht.



PARTIKELBESCHICHTUNG

Herstellung von Kern-Schale-Partikeln («Core-Shell-Particles»)

Ein weiteres Verfahren zur Partikelveredelung ist die Partikelbeschichtung (Coating) mit Hilfe der Wirbelschichttechnologie. Hierbei werden dünne Beschichtungen (Coatinglayers) für maßgeschneiderte Oberflächeneigenschaften auf die einzelnen Partikel aufgebracht, ohne dass diese agglomerieren. Modifizierte Wirbelschichtanlagen ermöglichen die Verarbeitung explosionsempfindlicher und extrem hygroskopischer Kernmaterialien wie Ammoniumdinitramid (ADN) und Ammoniumnitrat (AN). Mögliche Beschichtungsmaterialien sind zum Beispiel lösliche Polymere oder auch gelöste kristalline Stoffe. Die gelösten Beschichtungsmaterialien werden über ein Düsensystem auf die fluidisierten Partikel in der Wirbelschicht gesprüht. Die notwendigen Lösungsmittel für die Beschichtungsmaterialien können sowohl wässrige Systeme als auch verschiedene organische Lösungsmittel sein. Als Prozessgas kann zwischen vorgetrockneter Luft und Stickstoff gewählt werden. Die Kapazität der verwendeten Geräte erlaubt Chargengrößen von 200 g bis 5 kg. Ziel ist die Verbesserung der Partikeleigenschaften des Kernmaterials durch die Verkapselung mit geringen Mengen an Beschichtungsmaterialien.

Im Einzelnen können dadurch folgende Verbesserungen erreicht werden:

- Kompatibilitätssteigerung gegenüber reaktiven Substanzen, zum Beispiel Isocyanaten
- Schutz hygroskopischer Materialien vor (Luft-) Feuchtigkeit
- Verringerung der Empfindlichkeit energetischer Materialien (Desensibilisierung)
- Funktionalisierung von Partikelbeschichtungen oder Kompositpartikeln durch Einarbeitung (nanoskaliger) Wirkstoffe, zum Beispiel Stabilisatoren, Abbrandmoderatoren, Haftvermittler, leitfähige Substanzen, CNTs usw.
- Steigerung der mechanischen Festigkeit

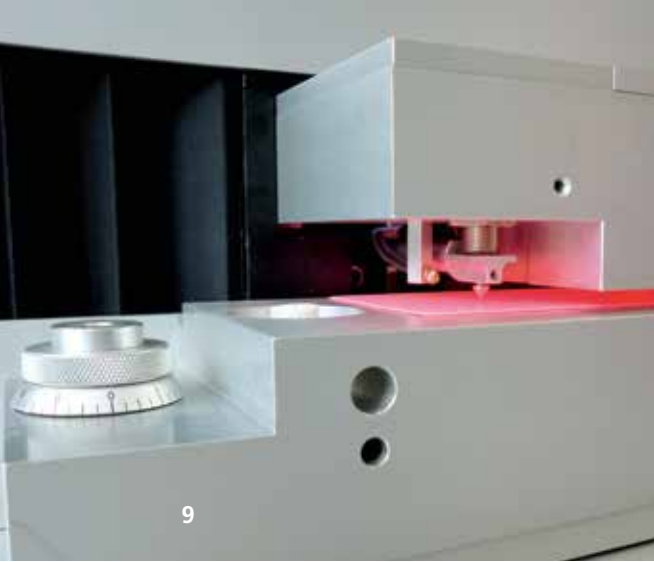
Neben der Partikelbeschichtung eignet sich die Wirbelschichttechnologie auch zur Sprühtrocknung, zur Aufbauagglomeration und zur Erzeugung von Kompositpartikeln, wobei die erzeugte Matrix eingebaute Mikro- oder Nanostrukturen enthalten kann. Als Beispiel können aus einer Kombination von 90 Prozent Oktogen und 10 Prozent FOX-7 Kompositpartikel mit reduzierter Empfindlichkeit erzeugt werden.

5 DISPERMAT® AE06-C1-Ex mit montierter Tauchkugelmühle TML-1.

6 Vorbereitung für einen anstehenden Mahlprozess.

7 Wirbelschichtcoater während des Beschichtungsprozesses.

8 Kern-Schale-Partikel unter dem Makroskop.



PARTIKELCHARAKTERISIERUNG

Zur Charakterisierung der Produkteigenschaften werden folgende Methoden verwendet:

- Messung der mittleren Partikelgröße und der Partikelgrößenverteilung mittels Laserbeugungsspektroskopie (Malvern MASTERSIZER 2000) für Partikelgrößen von 0,1 bis 2000 μm
- Zetapotentialmessung und Partikelgrößenanalyse mittels Photonenkorrelationsspektroskopie (Malvern ZETASIZER 3000) für Partikelgrößen von weniger als 1 μm
- Messung der Druckfestigkeit von Einzelpartikeln mit einem automatischen Granulatfestigkeitsprüfsystem (etewe GFP)
- Messung der spezifischen Oberfläche von Partikelkollektiven mit der BET-Methode (Quantachrom NOVA 2000e)
- Dichtemessung von Partikelkollektiven mittels Gaspiknometrie (Quantachrom ULTRAPYCNO-METER 1000)
- Wasserbestimmung mittels Karl Fischer-Titration (Metrohm 795 KFT Titrino und 703 Ti Stand)
- Optische Partikelanalyse mit einem Makroskop (Leica Z16 APO) mit Bildanalyse und Tiefenschärfemodul

Weitere Analysenmethoden stehen zur Verfügung, unter anderem:

- Elektronenmikroskopie
- Röntgenanalytik
- Spektroskopie
- Chromatographie
- Thermoanalytik
- Rheologie
- Mechanische Prüfung
- Mikrokolorimetrie, Schlag- und Reibempfindlichkeit



UNSER LEISTUNGSANGEBOT

- Stabilisierte Ammoniumdinitramid-Prills, hergestellt mittels Emulsionskristallisation; die mittlere Partikelgröße liegt bei 120 μm
- Phasenstabilisiertes und sprühkristallisiertes Ammoniumnitrat (PSAN bzw. SCAN) mit sphärischer Morphologie, hergestellt in Standardpartikelgrößen von 30, 50 bzw. 160 μm im Batch-Betrieb mit 50 kg pro Ansatz
- Partikelveredelung mit Zerkleinerungs-, Kristallisations-, Wirbelschicht- sowie mit Beschichtungsverfahren
- Umfassende Partikelcharakterisierung

9 Prüfung der Festigkeit einer Granulatprobe.

10 Laserlichtbeuger.

11 BET-Gerät.

12 Gaspyknometer.

13 Karl-Fischer Titrator.

UNSERE KOMPETENZFELDER

Verfahren

- Kristallisation
- Agglomeration
- Zerstäubung
- Mikroverkapselung
- Zerkleinerung
- Trocknung

Charakterisierung

- Dichte
- Partikelgrößenanalyse
- Granulatfestigkeitsprüfung
- Spezifische Oberfläche
- Wassergehaltbestimmung
- Mikroskopie

**ENERGETISCHE MATERIALIEN –
PARTIKELTECHNOLOGIE**

**Fraunhofer-Institut für
Chemische Technologie ICT**

Joseph-von-Fraunhofer-Straße 7
76327 Pfinztal (Berghausen)

Institutsleiter:
Prof. Dr.-Ing. Peter Elsner

Kontakt

Thomas Heintz
Telefon +49 721 4640-372
thomas.heintz@ict.fraunhofer.de

www.ict.fraunhofer.de