

Synthese und Eigenschaften von fraktalen Partikelaggregaten

Beiträge der Dresdner MVT

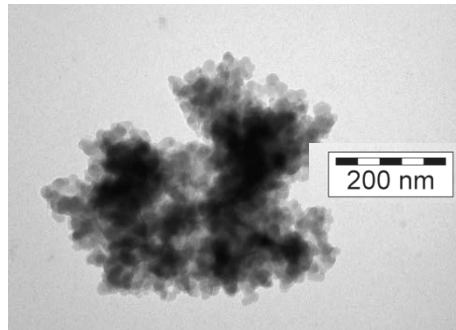
PD Dr.-Ing. habil. Frank Babick u.a.

PVT-Seminar, 2. Mai 2025

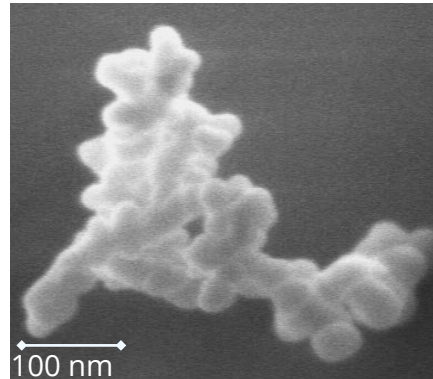
1. Einführung

– Begriffe, Forschung in DD –

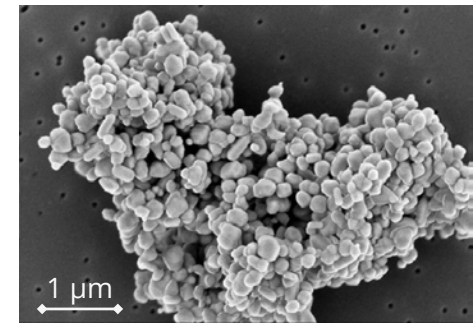
Partikelaggregate



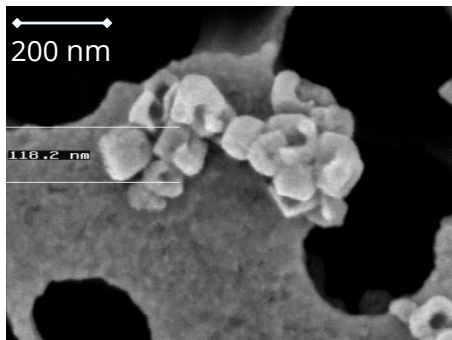
Fällungskieselsäure (SiO_2)



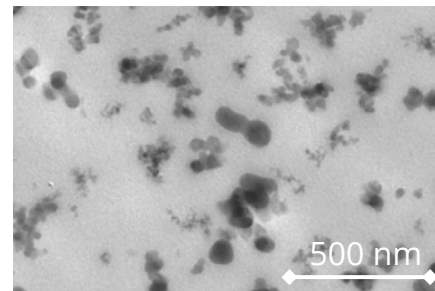
pyrogenes SiO_2



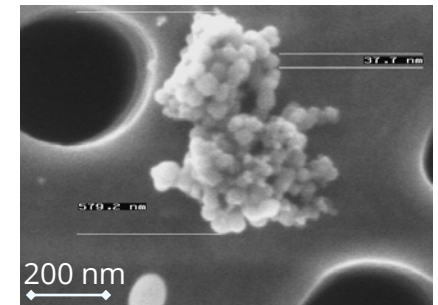
Titanoxidpigmente



gefälltes CaCO_3



SiO_2 -gefülltes Polymer
(Bugnicourt, *Polymer*, 48:949, 2007)

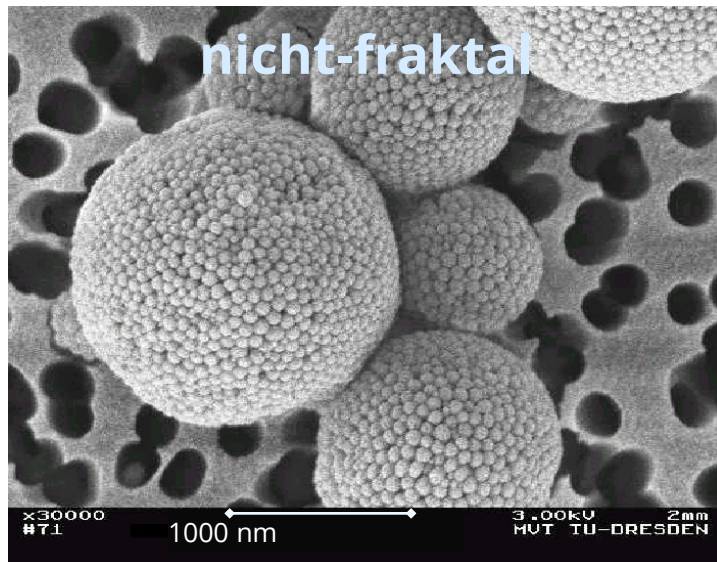


Dieselfußaggregat

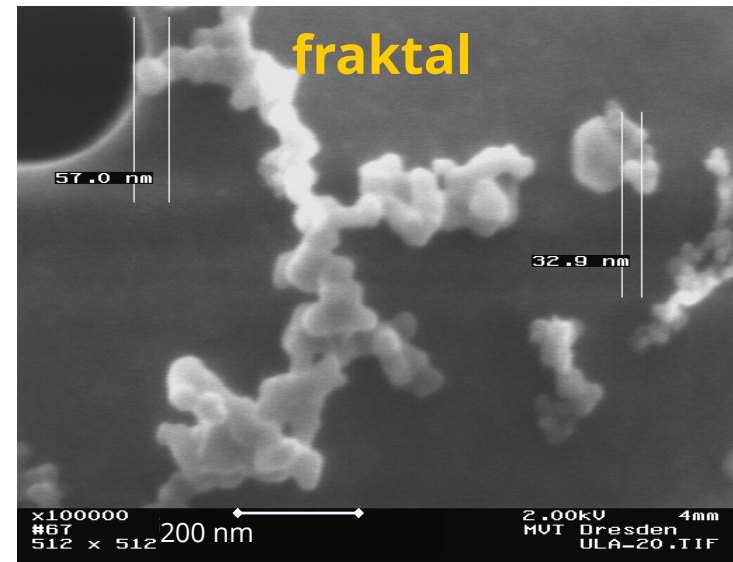
Begriffspaar *Aggregat* und *Agglomerat*

- Aggregat und Agglomerat
 - Zusammenschluss von Partikeln zu einer mobilen Gesamtheit
- Aggregat
 - relativ fester Zusammenschluss von Primärpartikeln
 - relativ hohe Haftkräfte zwischen den Partikeln
 - oft flächiger Kontakt oder sehr feine Partikel
 - relativ starre Struktur
- Agglomerat
 - relativ lockerer Zusammenschluss von Primärpartikeln oder Aggregaten
 - relative schwache Haftkräfte zwischen den Partikeln
 - oft Punktkontakte und grobe Partikel
 - unter Belastung Verformung und Strukturverdichtung möglich
- in der Praxis nicht immer leicht zu differenzieren

Fraktale Partikelaggregate



dicht gepacktes Sprühagglomerat aus SiO_2 -Kügelchen



locker gepacktes Ruß-Aggregat eines Verbrennungsabgases

Forschung an der MVT Dresden zu Partikelaggregaten

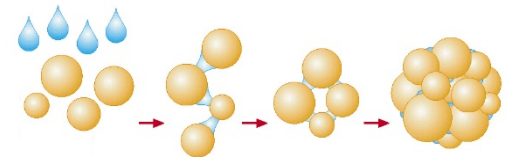
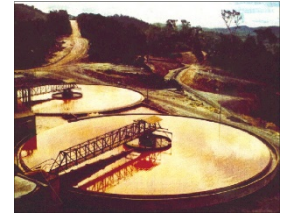
- primärer Blickwinkel: **Granulometrie**
- Fragestellungen
 - Welche Struktureigenschaften sollen wir messen?
 - Mit welchen Messtechniken?
 - Wie können wir Messergebnisse interpretieren?
 - Wie hängen die physikalischen von den Struktureigenschaften ab?
 - Wird die Struktur von der Messung selbst beeinflusst?
 - Wie sollten die Proben für die Messung vorbereitet werden?
 - Bleiben die Proben während einer Analyse stabil?
 - Wie lassen sich die Struktureigenschaften während der Verarbeitung beeinflussen? (Prozessfunktion)
 - In welcher Weise werden die anwendungs- oder physiologisch relevanten Eigenschaften von den strukturellen bestimmt? (Eigenschaftsfunktion)
- außerdem
 - Arbeits-, Umwelt- und Verbraucherschutz → Quantifizierung der Exposition

2. Partikelaggregate

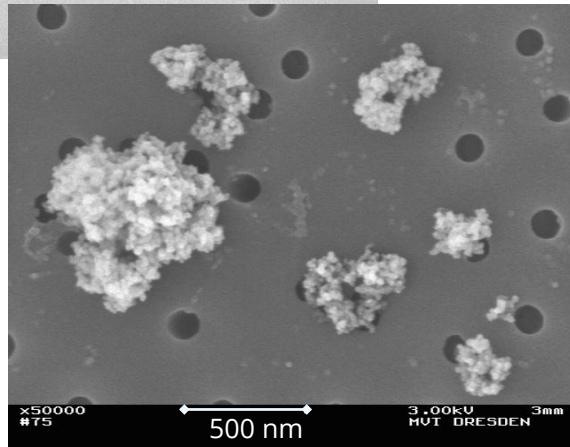
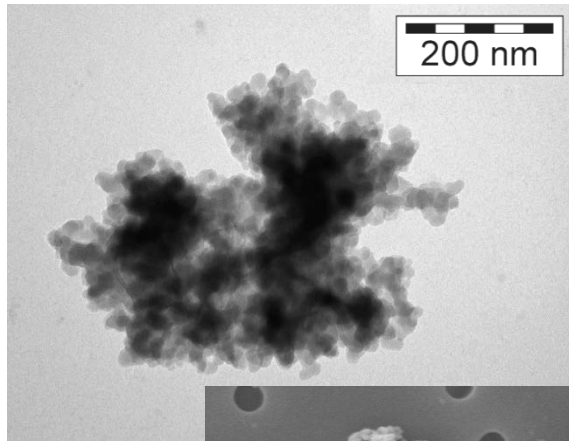
– Prozesse, Produkte, Anwendungen –

Aggregation in technischen Prozessen

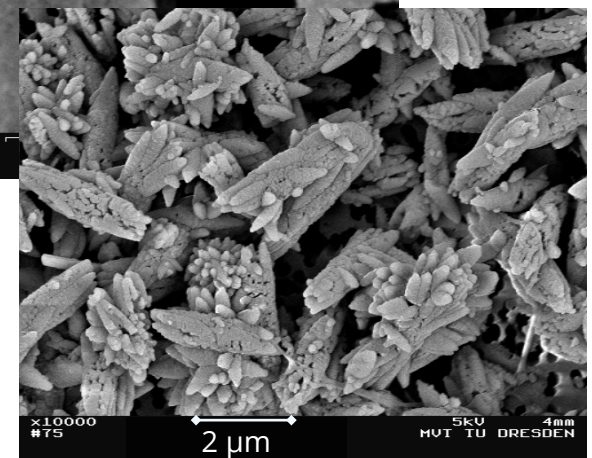
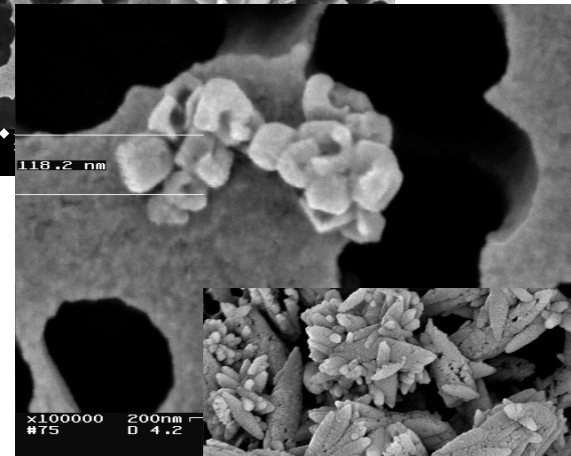
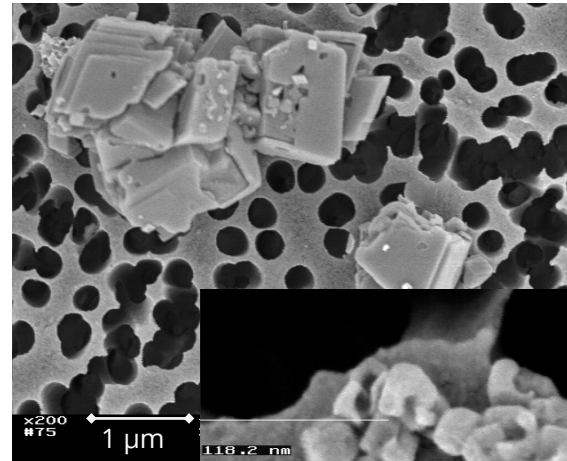
- Koagulation / Flockung
 - Zugabe von Salzen, Polyelektrolyten, Polymeren
 - z.B. zur Abwasserreinigung
- Kristallisation / Fällung
 - Aggregation von gewachsener Kristallisationskeimen
 - z.B. bei Synthese pharmazeutischer Wirkstoffe oder von Farbpigmenten
- Partikelsynthese in Gasphasenreaktionen
 - Aggregation der Nukleationskeime
 - generell: Aerosolpartikel aggregieren
- Granulation / Agglomeration
 - Agglomeration von (grobdispersen) Feststoffpartikeln
 - z.B. Sprühtrocknung



Fällungsprodukte

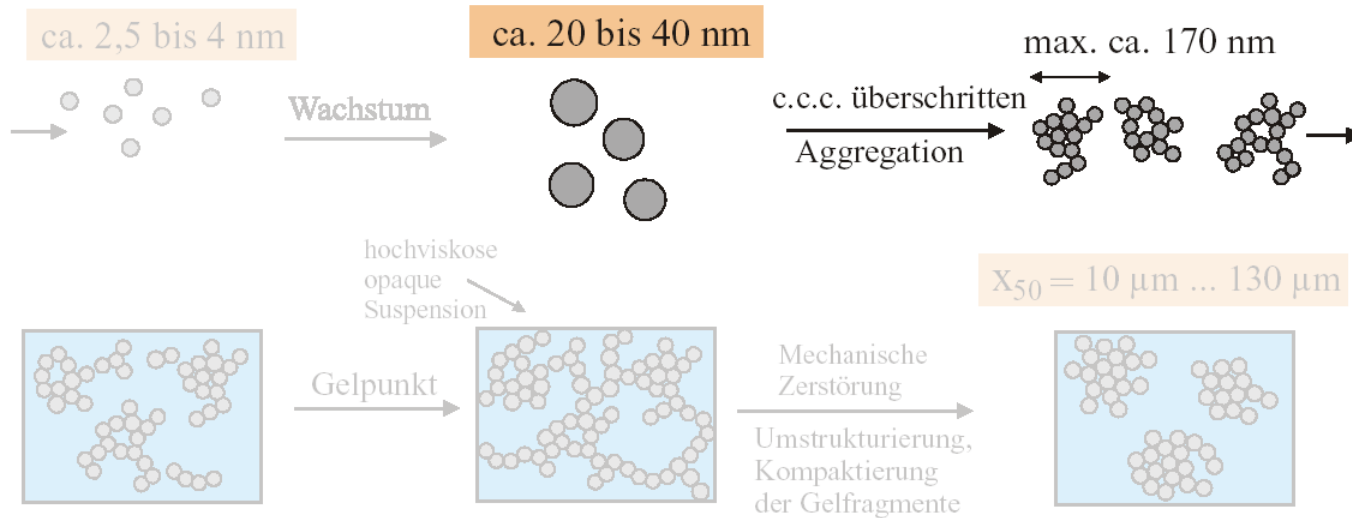
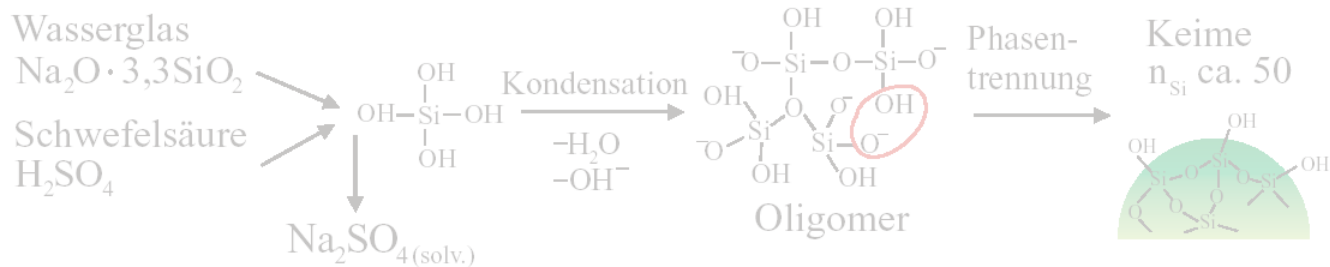


Fällungskieselsäure



gefälltes CaCO₃

Ausfällung von amorphem Siliziumdioxid (SiO₂)



J. Schlomach: *Feststoffbildung bei technischen Fällprozessen*. Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), 2006; S. 6.

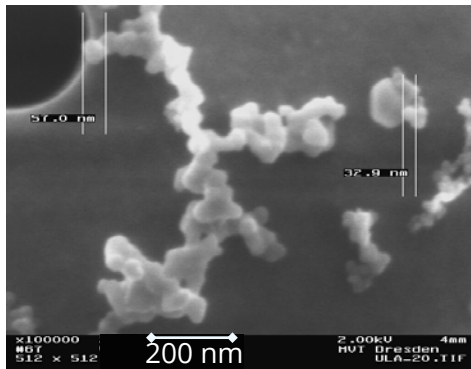
Pyrogene Pulver

Quellen/Herkunft:

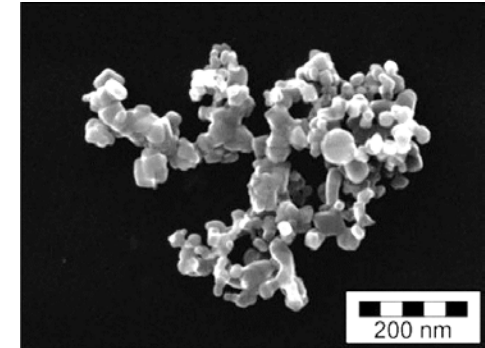
- Verbrennungsprozesse (Dieselruß)
- Massenprodukte der chem. Industrie (Industrieruße, pyrogene Oxide)

Anwendungen:

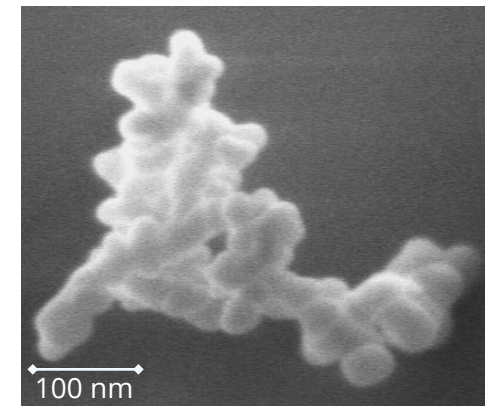
- Füll- und Verdickungsmittel in Farben und Elastomeren
- Poliersuspensionen
- Pigmente



Ruß-Aggregat aus
Verbrennungsabgas



pyrogenes TiO_2
(Albers et al., *Cryst. Res. Technol.*, 50(11):846-865, 2015)



pyrogene
Kieselsäure (SiO_2)

Bildung von pyrogenem SiO₂

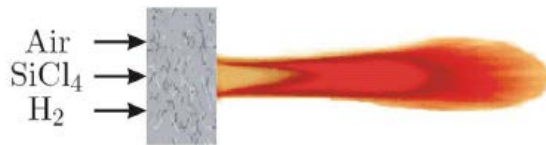


~1,500 °C

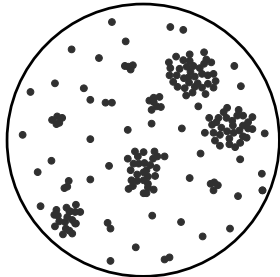
< 1,000 °C

<https://www.wacker.com/cms/de-de/products/product-groups/pyrogenic-silica/pyrogenic-silica.html>

Bildung von pyrogenem SiO₂



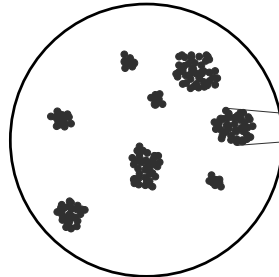
ballist. Polymerisatⁿ
von Monomeren



Keime mit sehr
rauer Oberfläche

0.1 nm

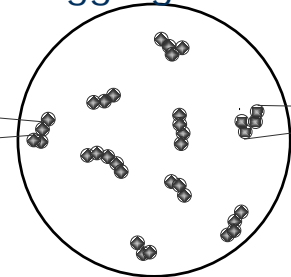
Versinterung



kompakte
Primärpartikel

1 nm

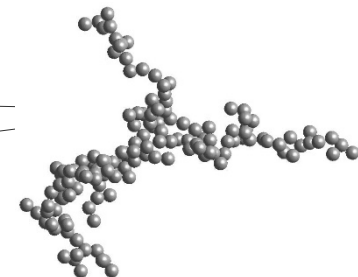
initiale
Aggregation



erste
Subcluster

10 nm

DLCA der
Subcluster

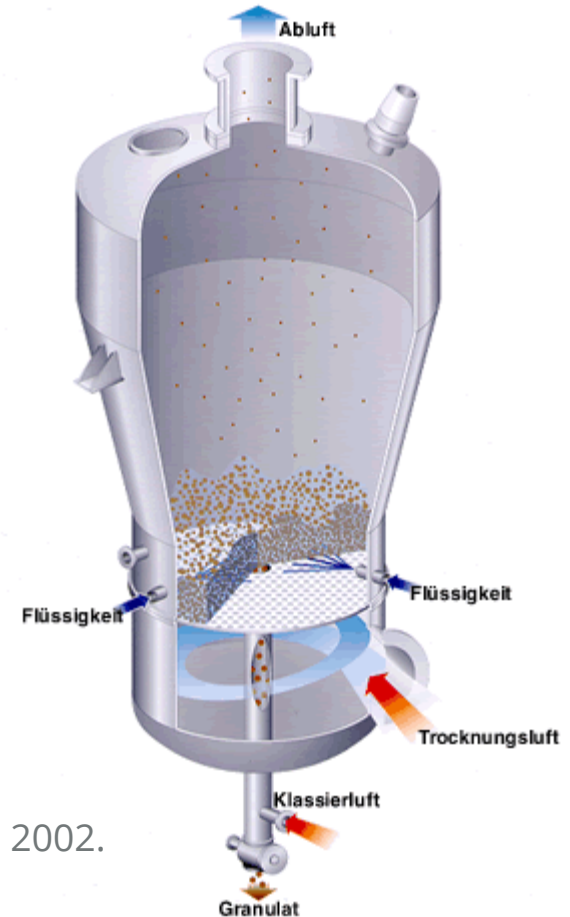
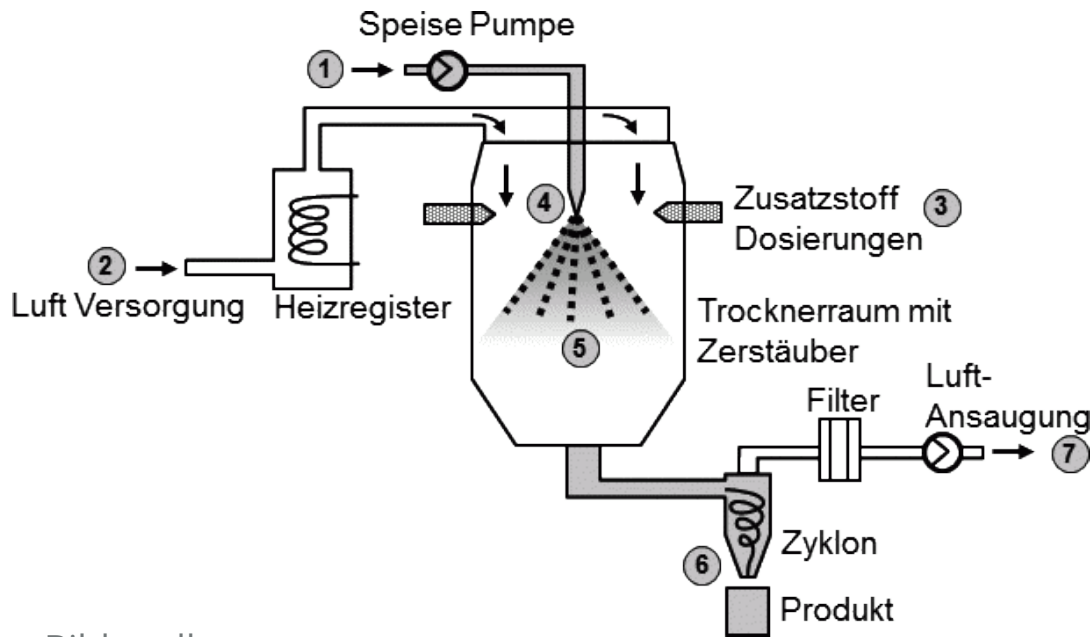


fraktale Aggregate
mit $d_f = 1.8$

100 nm

- nach D.W. Schaefer & A.J. Hurd: *Aerosol Sci. Techn.* 12 (1990), 876-890

Sprühtrocknung und Sprühagglomeration



Bildquellen:

Fraundorfer & Hergeth, *Chem. Ing. Tech.*, 88(6):777-785; 2016.

Kontinuierliche Wirbelschichtprozesse. Glatt® Ingenieurtechnik GmbH, 2002.

- typische Produkte:
 - löslicher Kaffee, Milchpulver, Pigmente, Düngemittel, Waschmittel, Medikamente

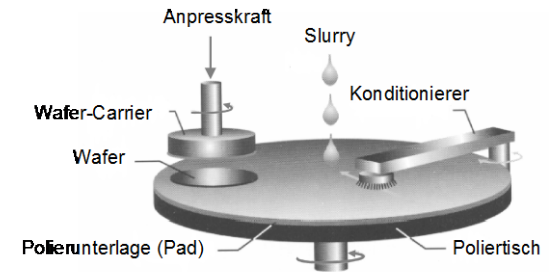
Anwendungsprodukte mit Partikelaggregaten



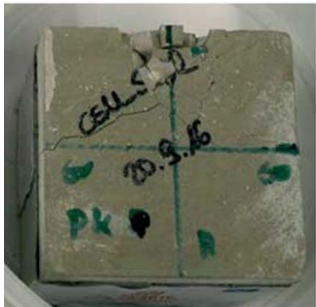
UV-Absorber



Schwebemittel für Farben



Poliermittel für Wafer
(CMP slurries)



Additive für Baustoffe



Fließhilfsmittel für
Lebensmittelpulver



Putzkörper in Zahnpasta



Verstärkung von Elastomeren



rheologische Additive
in Kosmetika

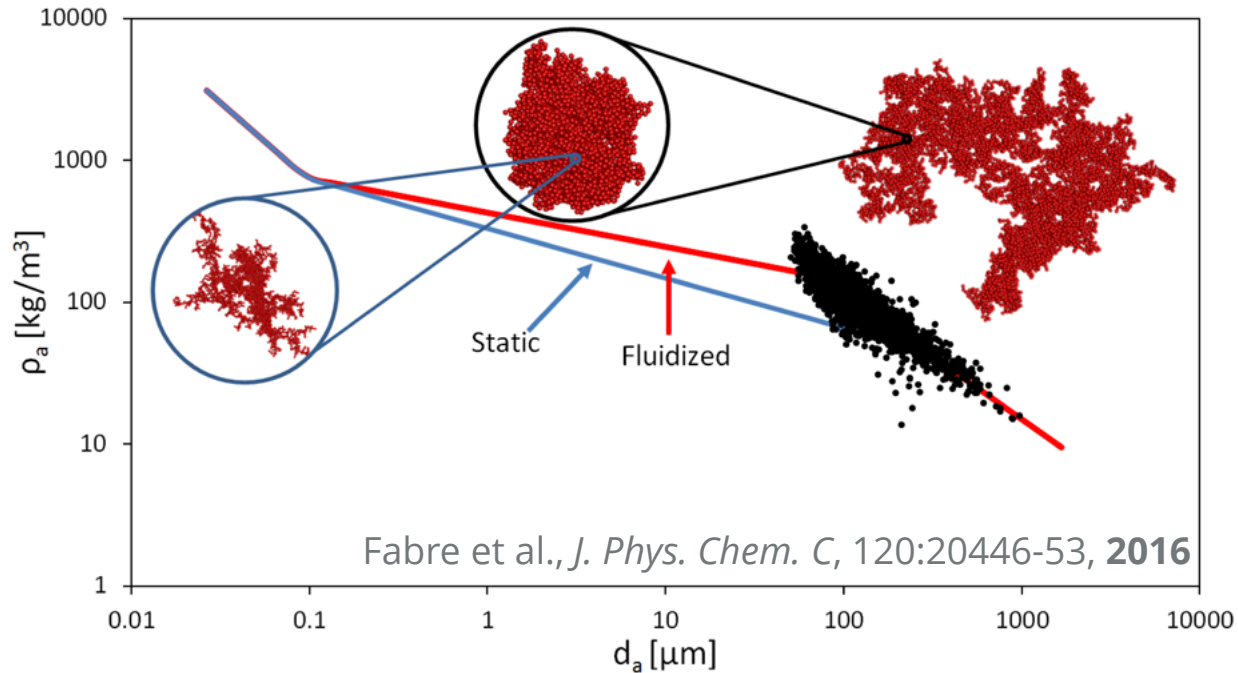
Ökonomische Relevanz

- Industrieruße
 - globale Jahresproduktion ca. 11 Mio. Tonnen, 13 Mrd. US-Dollar (2019)
 - Füllstoff für Reifen u.a. Polymere, Leitfähigkeitsadditiv, Pigment
- industrielles TiO_2
 - globale Jahresproduktion ca. 4.3 Mio. Tonnen (2018)
 - Weißpigment, Keramikpigment, UV-Absorber, Photokatalysator, ...
- synthetische amorphes SiO_2
 - globale Jahresproduktion ca. 3.9 Mio. Tonnen, 9.2 Mrd. US-Dollar (2018)
 - Füllstoff, rheologisches Additiv, Rieselhilfe, Feuchtigkeitsadsorber, ...
- synthetische Calciumcarbonat
 - globale Jahresproduktion ca. 130 Mio. Tonnen, 28 Mrd. US-Dollar (2018)
 - (billiger) Füllstoff für Kunststoffe, Baumaterialien, Papier, ...
- zum Vergleich: Kaffee
 - globale Jahresproduktion ca. 10 Mio. Tonnen (2018)
 - Grundnahrungsmittel (für einige)

3. Morphologie von Partikelaggregate

– Aggregatstruktur und Aggregationsprozess –

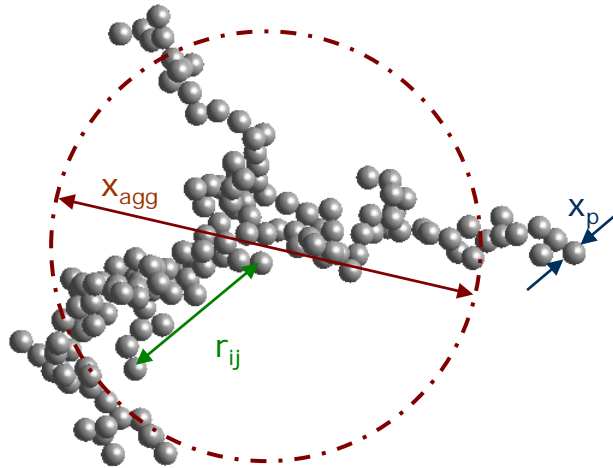
Hierarchische, multiskalige Struktur



- nanostrukturierte Pulver
 - nanoskalige Primärpartikel
 - meist noch während Synthese aggregiert \rightarrow Aggregate $< 1 \mu\text{m}$
 - während Weiterbehandlung (z.B. Filtration) oder Lagerung Agglomeration, nicht selten mehrstufig \rightarrow Agglomerate im $1 \mu\text{m} \dots 10 \text{mm}$

Morphologie der Aggregate und Agglomerate

Agglomerat „größe“ / Längen:



Primärpartikelgröße x_p

Primärpartikelanzahl N

Zentrumsabstände r_{ij}

Agglomerat „größe“ x_{agg}

Agglomeratmasse $m_{agg} \sim N \cdot x_p^3$

...

fraktale Struktur:

= Selbstähnlichkeit: $g \sim r_{ij}^{d-3}$

Messung:

Abbildende Verfahren (REM, TEM)

Streulicht-Winkelverteilung \leftarrow **Modell**

= fraktales Wachstum: $m_{agg} \sim x_{agg}^d$

Messung von m_{agg} :

z.B. Zentrifugation im elektr. Feld

Messung von x_{agg} :

Abbildende Verfahren (REM, TEM)

Streulichtintensität \leftarrow **Modell**

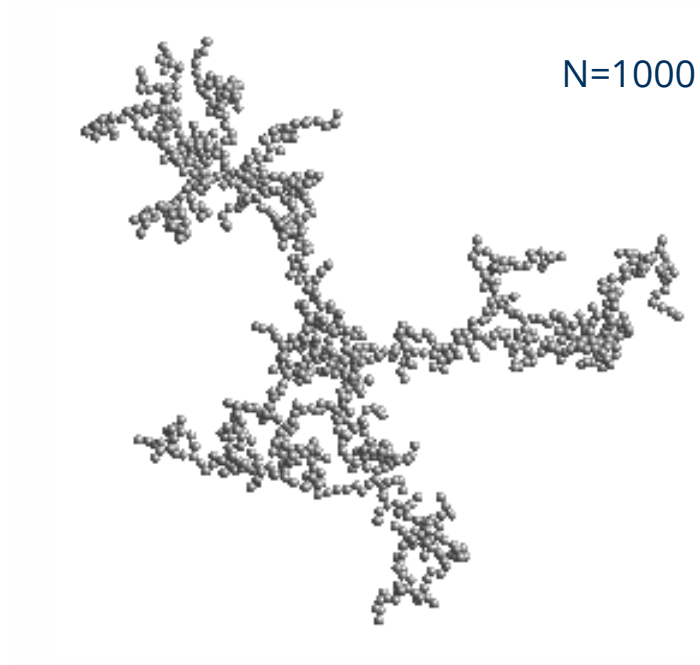
Dynamik \leftarrow **Modell**

fraktale
Dimension

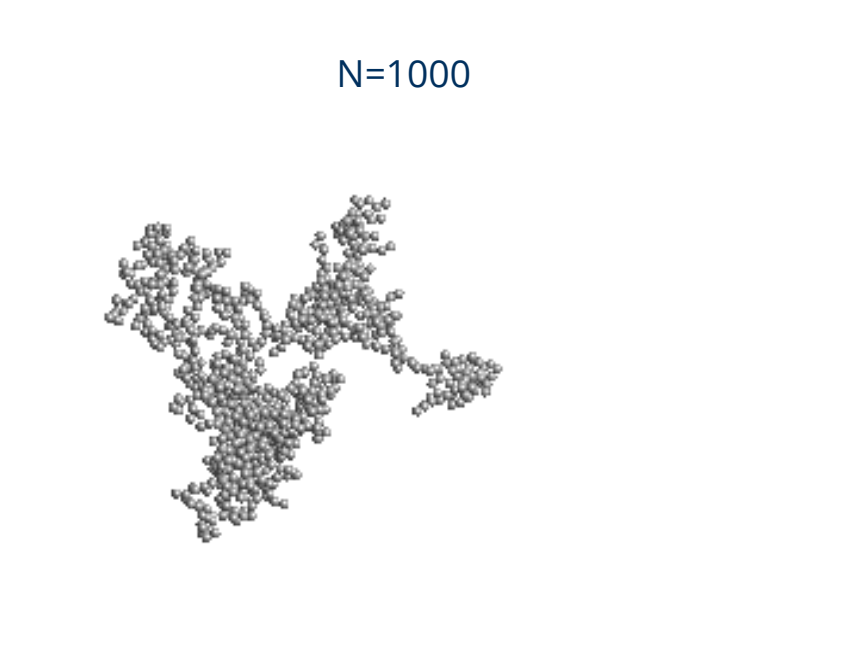
Aggregationsprozess bestimmt Aggregatstruktur

- Einflussfaktoren auf die Aggregation/Agglomeration von Partikeln
 - kinetische Energie von Partikeln
 - Partikelgröße
 - Partikelkonzentration
 - Viskosität des Mediums
 - weit reichende interpartikuläre Kräfte
 - kurz reichende interpartikuläre Kräfte
 - Art der Partikelbindung/-haftung
 - Versinterung der Primärpartikel
 - Verfestigung der Aggregatstruktur
- Aggregationsbedingungen/-mechanismen bestimmen Aggregatstruktur!

Idealtypen an Aggregaten

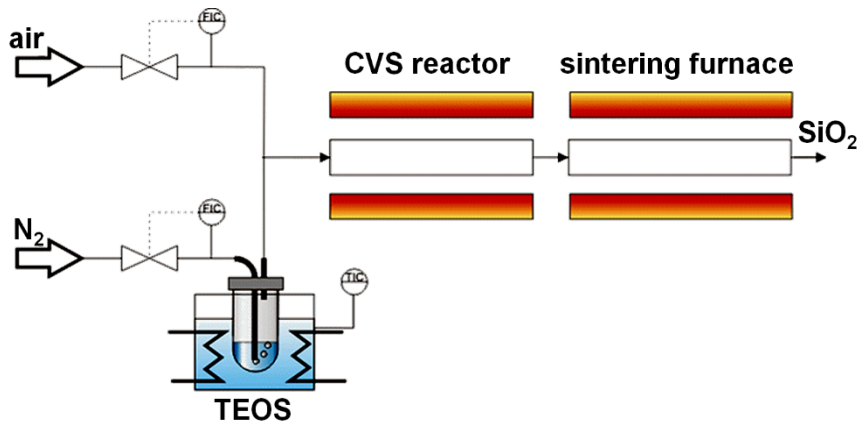


DLCA:
diffusionslimitierte Aggregation von
Subclustern & Partikeln
kaum Abstoßung
sehr poröse Aggregate ($d_f = 1.8$)
Meakin, *Phys. Rev. Lett.* 51 (1983)

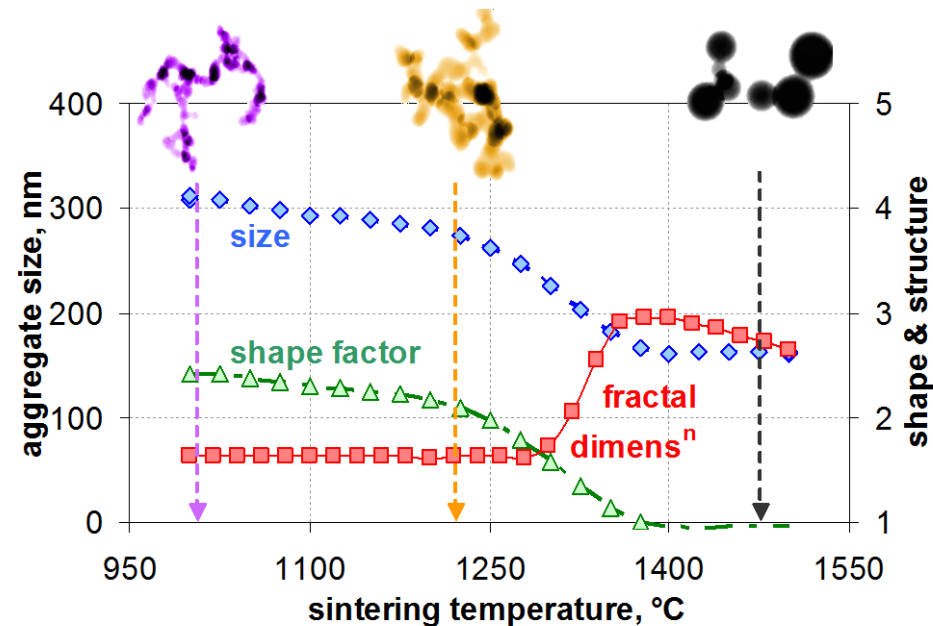


RLCA:
reaktionslimitierte Aggregation von
Subclustern & Partikeln
starke Abstoßung
relativ dichte Aggregate ($d_f = 2.1$)
Jullien & Kolb, *J. Phys. A: Math. Gen.* 17(1984)

Generell: Morphologie resultiert aus Synthese



Babick et al., Chem. Ing. Tech., 90(7):923-936, 2018

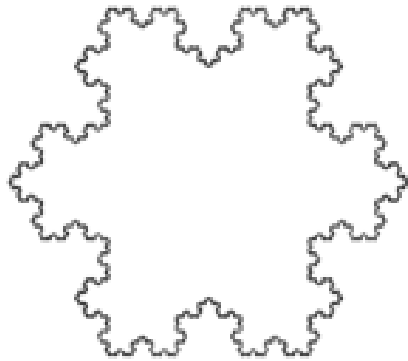


- Erzeugung von SiO₂ durch Verdampfen von TetraEthylOrthoSilikat
- Reaktor erzeugt fraktale, hoch-poröse Aggregate nanoskaliger Partikel
- angeschlossener Sinterofen verdichtet Aggregate bis hin zur vollständigen Koaleszenz

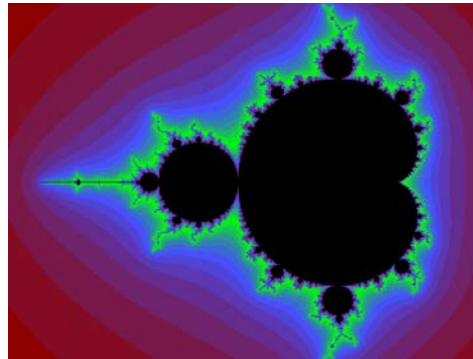
4. Fraktale Partikelaggregate

- Aggregatstruktur und Aggregationsprozess -

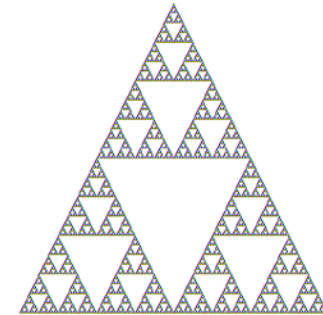
Fraktale Geometrie



Koch-Kurve



Mandelbrot-Diagramm



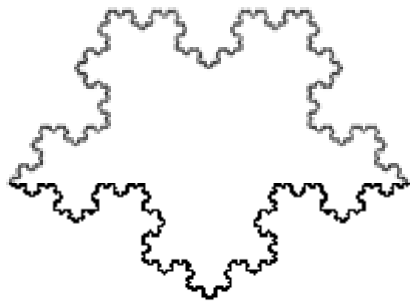
Sierpinski-Dreieck

Potenzgesetz für die Korrelation zw.
Anzahl & Größe der Grundelemente

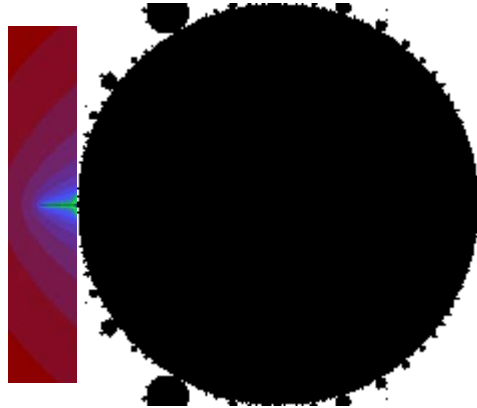
$$N \propto 1/l^D$$

Bildquellen: http://de.wikipedia.org/wiki/Hilfe:Wikimedia_Commons

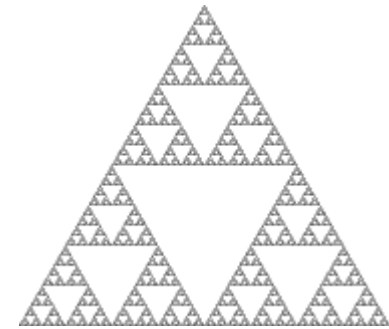
Selbstähnlichkeit



Koch-Kurve



Mandelbrot-Diagramm

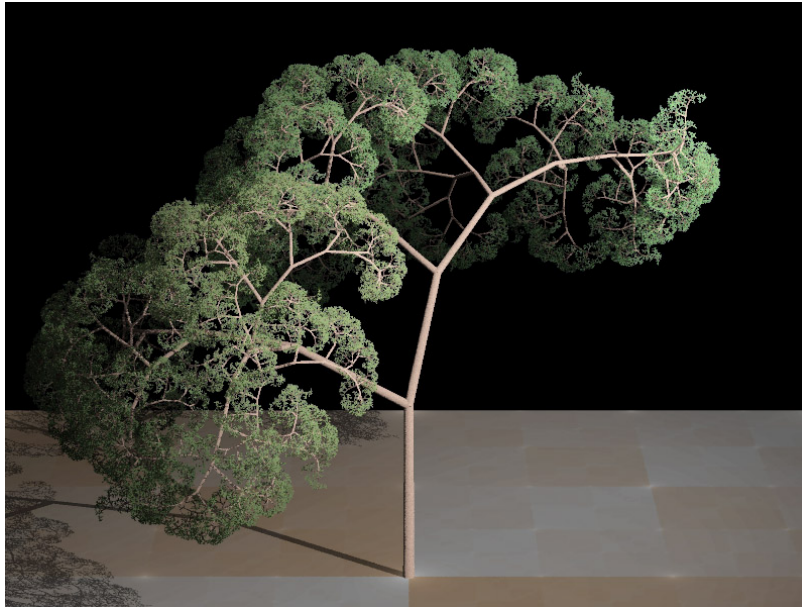


Sierpinski-
Dreieck

Selbstähnlichkeit: Struktur ist unabhängig vom Betrachtungsmaßstab

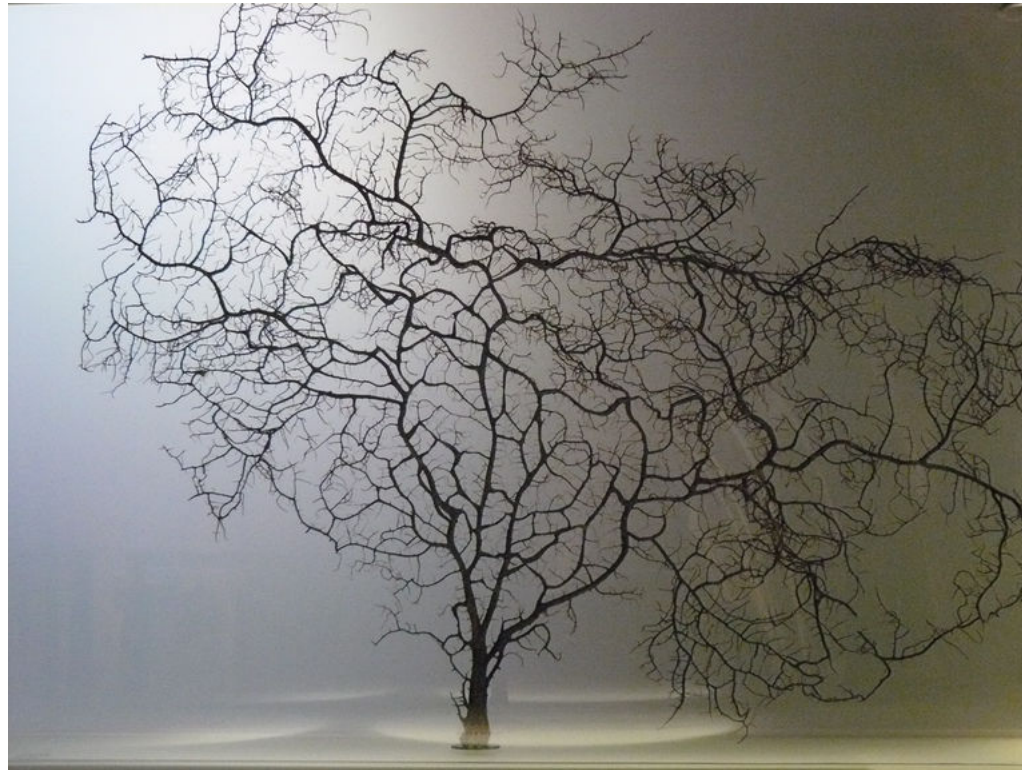
Bildquellen: http://de.wikipedia.org/wiki/Hilfe:Wikimedia_Commons

Gibt es fraktale Strukturen in der Natur?



- Lindenmayer-Systeme: Strukturen basierend auf Formalismen zur Nachbildung von biologischen Wachstumsprozessen

Gibt es fraktale Strukturen in der Natur?



- *Creixement fractal* (Antonio Gaudi; La Pedrera – Barcelona)

Fraktalartige Strukturen in der Natur



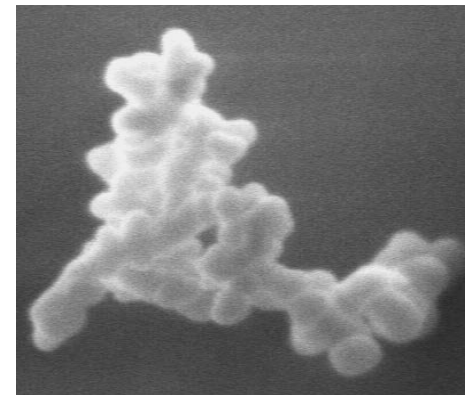
Küstenlinien und natürl.
Grenzverläufe



Blitze



elektrolytisch
gefällte Metalle



Partikelaggregate

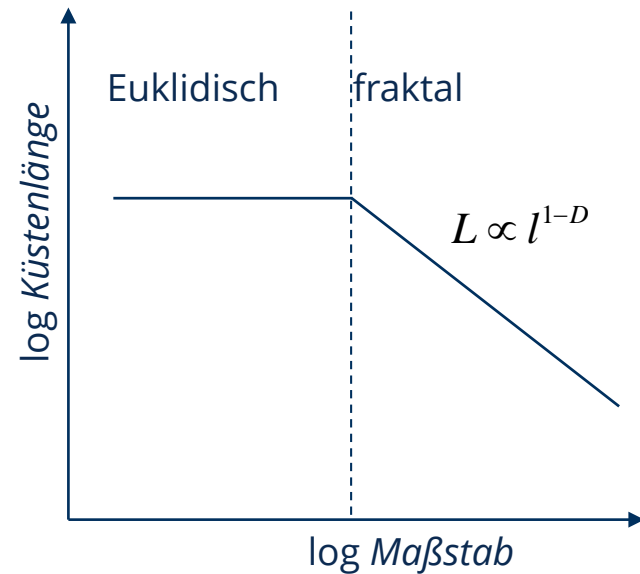
Bildquellen:

http://de.wikipedia.org/wiki/Hilfe:Wikimedia_Commons

www.natur-struktur.ch/fraktale/fraktalenatur.html

http://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Datei:DLA_Cluster.JPG&filetimestamp=20060519054850

Richardson-Diagramm



- Lewis Fry Richardson (1881 – 1953)
- Benoît Mandelbrot (1924 – 2010), *Science* 156(5):1967,636-638

Massenskalisierung von fraktalen Aggregaten

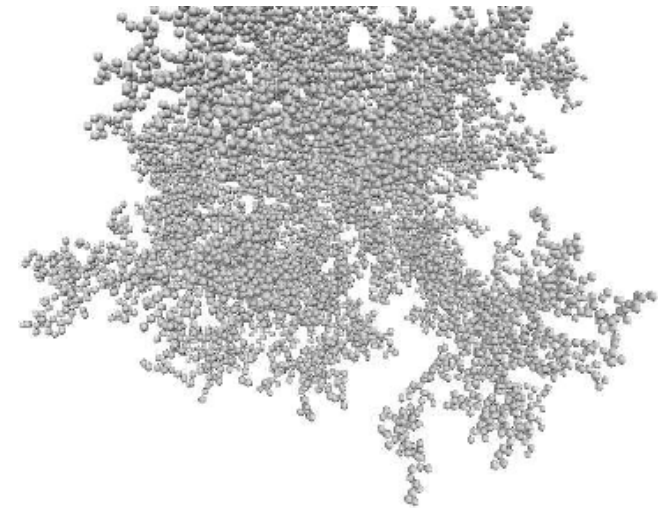
Massenskalisierung nicht-fraktaler Objekte:

$$\frac{m_2}{m_1} \approx \left(\frac{L_1}{L_2} \right)^{D_f}$$



Massenskalisierung von fraktalen Aggregaten:

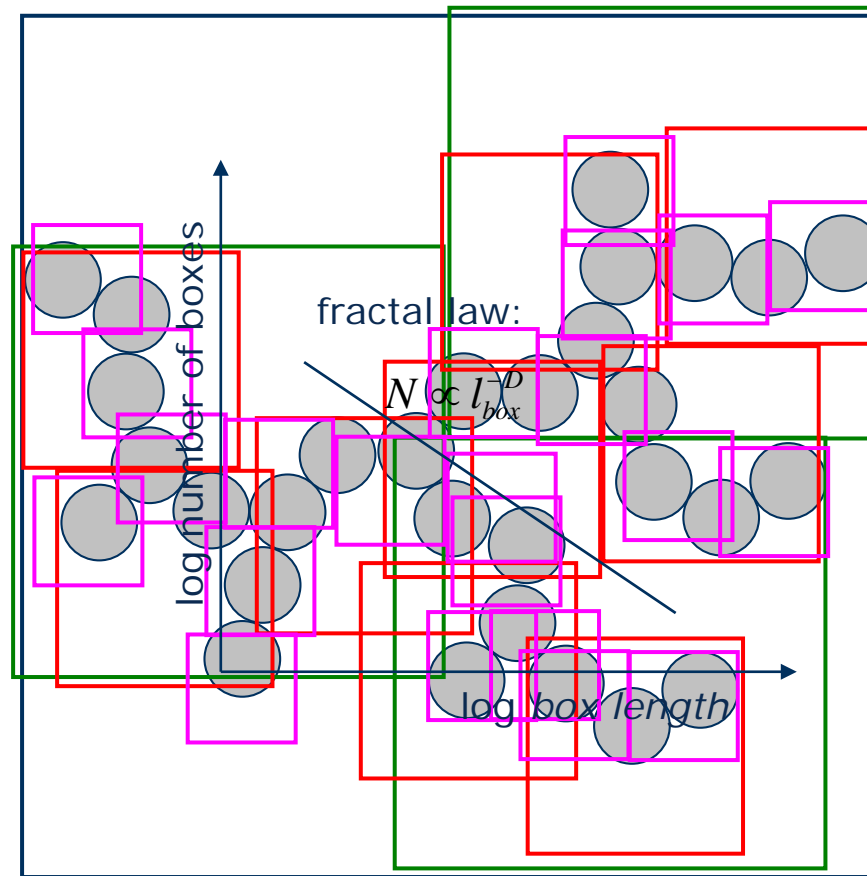
$$\frac{m_{agg}}{m_p} = N_{agg} = k_f \cdot \left(\frac{x_{g,agg}}{x_p} \right)^{D_f}$$



Bestimmung der fraktalen Dimension

- experimentell an Aggregatsystemen:
 - aus Winkelverteilung von Streulicht
 - aus Korrelation von Äquivalentdurchmessern
- aus Bildanalyse an einzelnen Aggregaten
 - Box-counting (große Aggregate)
 - Paar-Korrelationsfunktion (große Aggregate)
- aus Simulationsexperimenten:
 - Box-counting
 - Wachstum (x_{agg} vs. N_{agg})
- Konzept der Fraktalität versagt für kleine Aggregationszahlen!

Box-counting



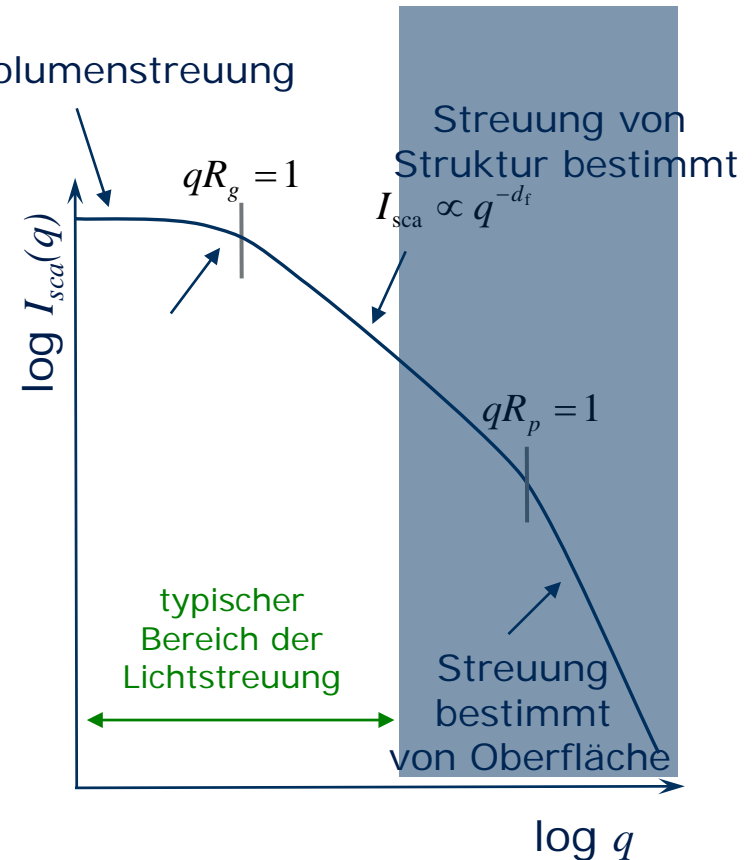
- fraktale Skalierung der Kästchenzahl
- eine andere Fraktalität als jene der Massenskalisierung

Aggregatstreuung im RDG-Limit

- Rayleigh-Debye-Gans:
 - schwache Streuer ohne Wechselwirkung Volumenstreuung
 - Interferenz der Streufelder
 - Streuung aus Aggregatstruktur berechenbar:

$$I_{sca} = I_{sca,1} \cdot N^2 \cdot S(\mathbf{q})$$

- statische Streutechniken:
 - SLS, SAXS, SANS
 - Intensität I_{sca} vs. Streuvektor q
- Anwendungsbereich:
 - z.B. SiO_2 -Aggregate mit $x_p \leq 100$ nm
 - z.B. TiO_2 -Aggregate mit $x_p \leq 50$ nm

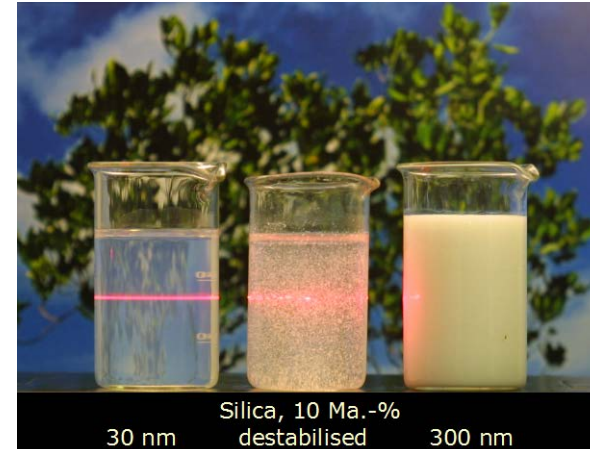
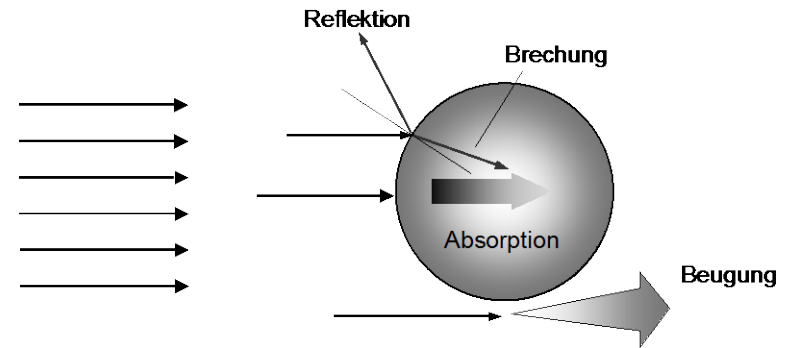


5. Theoretische Grundlagen

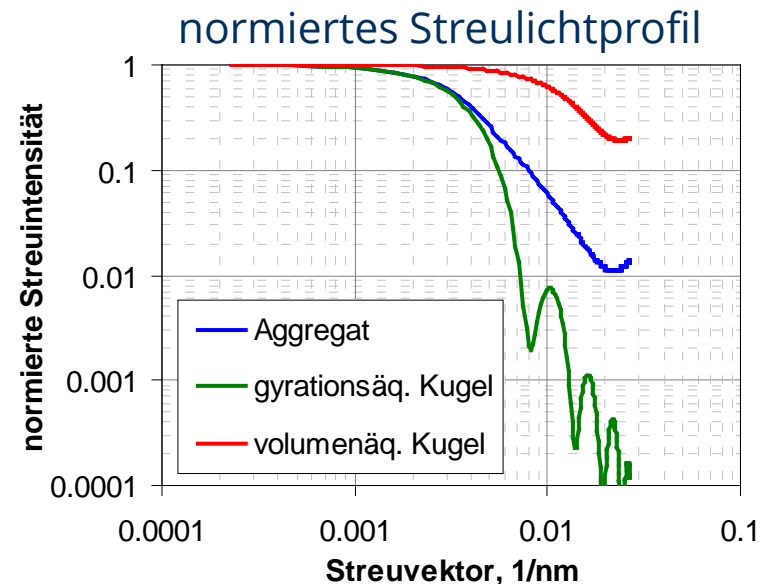
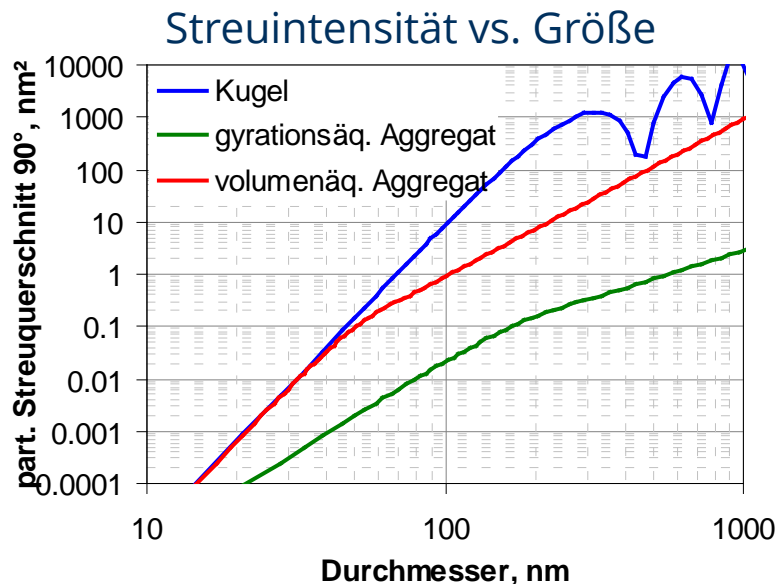
– Berechnung der physikalischen Eigenschaften –

Optische Eigenschaften

- des Einzelpartikels/-Aggregates
 - Reflektion
 - Brechung
 - Beugung
 - Absorption
 - Streuung
- des Partikelsystems
 - Tyndall-Effekt
 - Streuung
 - Trübung/Opaleszenz/Extinktion
 - Polarisation/Depolarisation
 - Dekohärenz



Vergleich von Aggregat und kompakter Kugeln



- Aggregatstreuung weniger stark als bei Äquivalentkugeln
- „glatte“ funktionale Abhängigkeiten von Größe und Streuwinkel

Modellierung der Aggregatstreuung

- Streuung am Einzelpartikel:
 - Effekt: Überlagerung der Streufelder von jedem Volumenelement
 - Basis: Maxwell-Gleichungen
 - analytische Lösung durch Lorenz und Mie (Reihenentwicklung)
 - Näherungen/Grenzfälle, e.g. Rayleigh, Rayleigh-Debye-Gans
- Streuung am Aggregat:
 - Effekt: **Mehrfachstreuung** und **Interferenz** der Partikelstreufelder
 - neu: anisometrische Form → Orientierungsmittelung
 - analytische Lösungen → T-Matrix, verallgemeinerte Mie-Theorie (Xu ´95)
 - Vereinfachungen: keine Mehrfachstreuung; nicht-versinterte Kugeln → Rayleigh-Debye-Gans

Rayleigh-Debye-Gans (RDG) Theorie

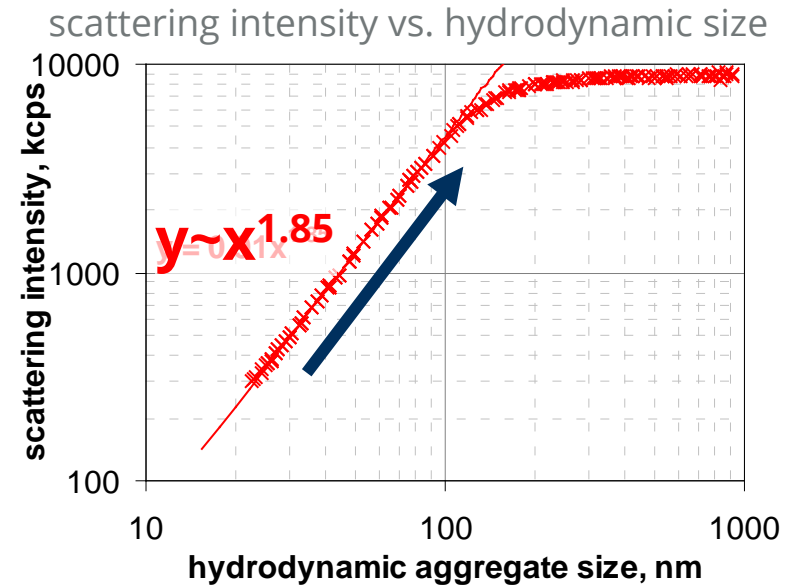
- RDG-Theorie
 - gültig für "kleine" Objekte mit "geringem" optischen Kontrast
 - Vorhersage für kleine Aggregate:

$$I_{\text{sca}} \propto c_{V,\text{solid}} \cdot x_{\text{agg}}^{d_f}$$

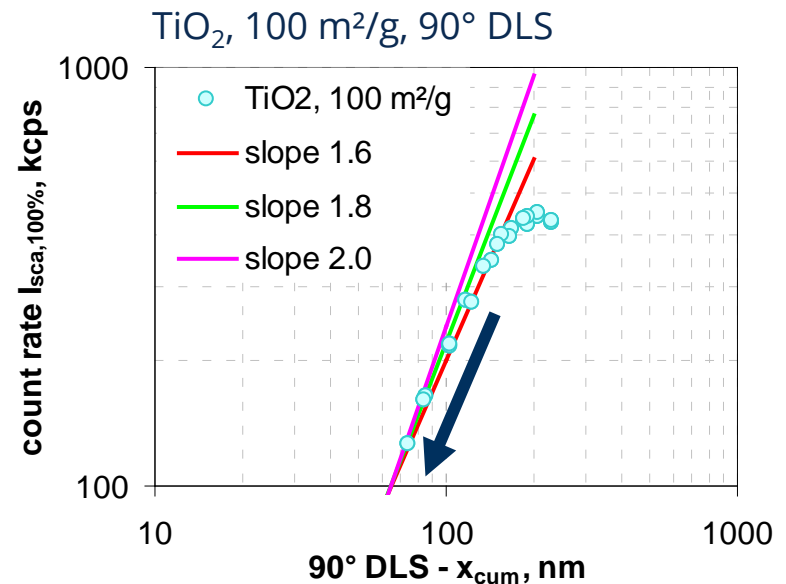
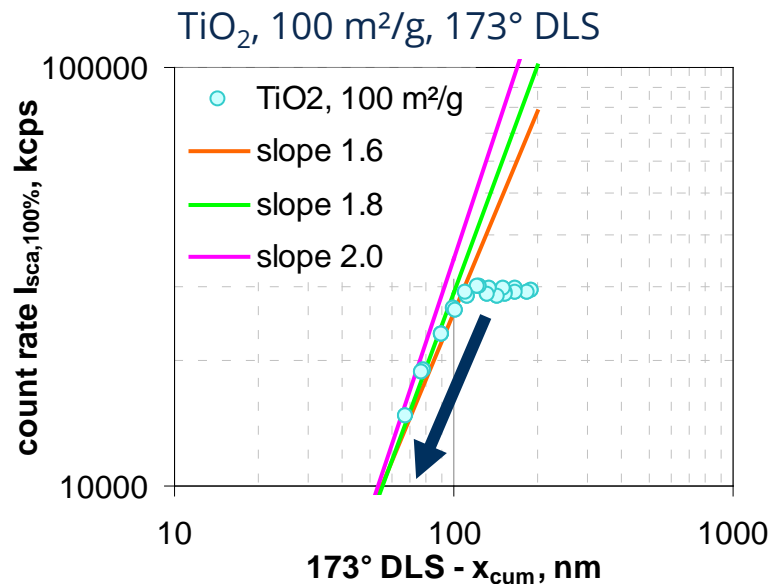
- Vorhersage für große Aggregate:

$$I_{\text{sca}} \propto c_{V,\text{solid}}$$

- Aggregationsexperiment
 - kolloidales SiO₂, 5-7 nm
 - 0.1 Ma.-% in 9 Ma.-% NaCl
 - Messung mit DLS (173°)
- Experiment stützt theoretische Vorhersage



Streuung an Aggregaten von pyrogenen Pulvern



Theorie ...

für kleine Aggregate: $I_{sca} \propto c_{V,solid} \cdot x_{agg}^{d_f}$

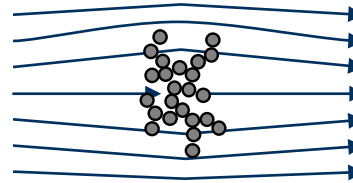
für große Aggregate: $I_{sca} \propto c_{V,solid}$

wird vom Experiment gestützt ($d_f \approx 1.8$)

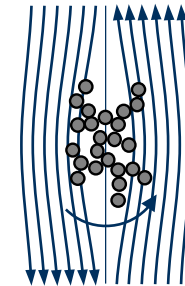
wird ebenfalls vom Experiment gestützt

Mobilitätsbasierte Eigenschaften

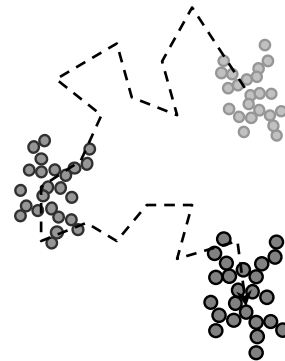
- der einzelnen Aggregate
 - hydrodynamische Kräfte & Drehmomente
 - Brownsche Bewegung
 - Migrationsgeschwindigkeit
 - Beschleunigung
- des Partikelsystems
 - Kollektivdiffusion
 - Zonensedimentation
 - Viskosität/Rheologie



hydrodynam.
Widerstand



hydrodynam.
Drehmoment



Diffusion



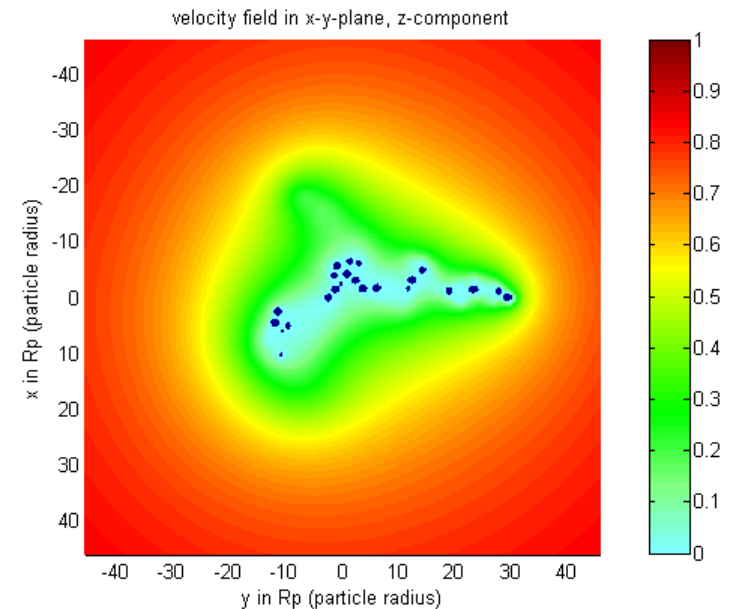
Sedimentation



Modellierung der Aggregatmobilität

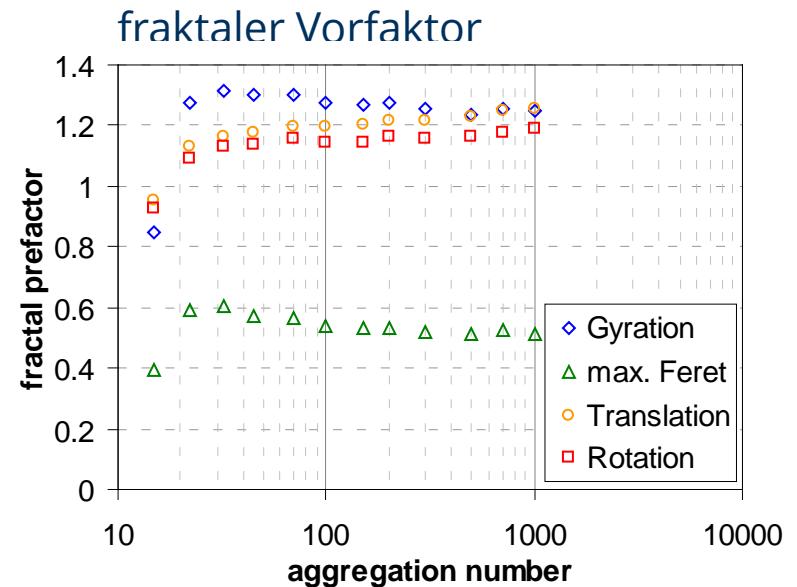
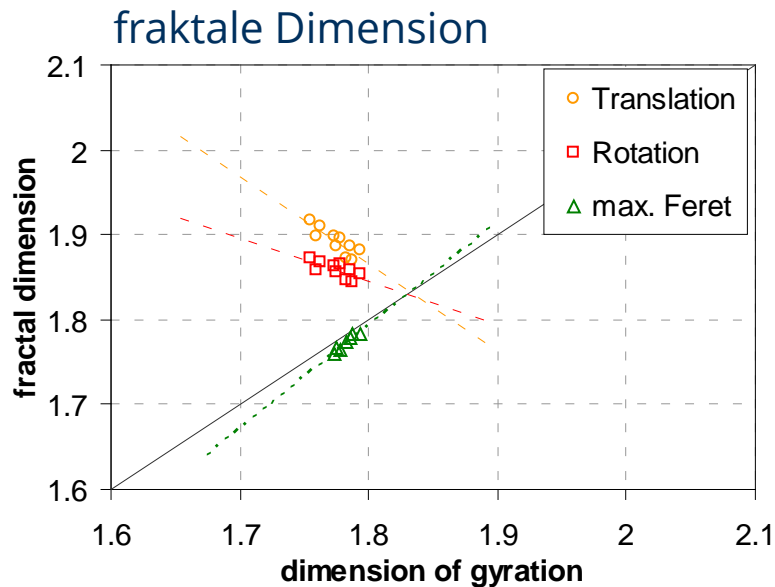
(Kätzel et al., *Part. Part. Syst. Charact.*, 25(1):9-18, 2008; Babick et al., *Powder Technol.*, 217:39-45, 2012)

- Ansatz:
 - Multipolentwicklung der hydrodynam. Felder bei Agglomeratdurchströmung
 - n. Filippov, *JCIS*, 229(1):184-195, 2000
- Vorteile:
 - genauer als approximative Ansätze wie Kirkwood-Riseman-Theorie
 - auch anwendbar im aerodynamischen Übergangsbereich
 - Software umfangreich erprobt
- aber: hoher Rechenaufwand



DLCA-Agglomerat, $N=150$,
Strömung in die Betrachtungsebene

Hydrodynamik von DLCA-Aggregaten

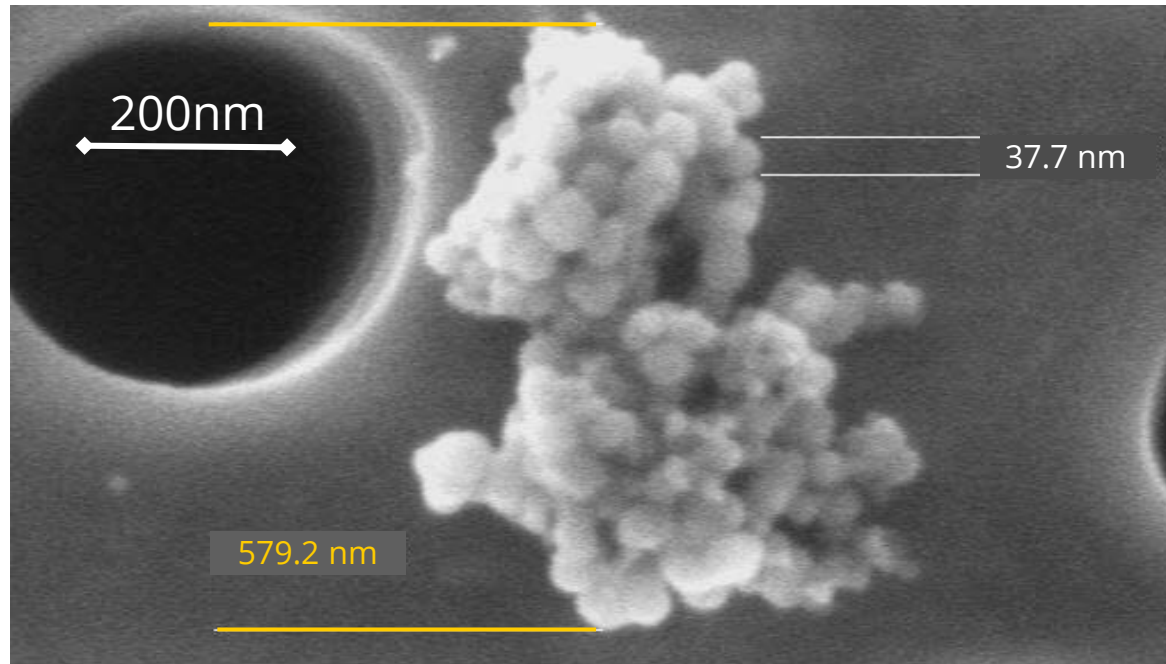


- hydrodynamische Äquivalentdurchmesser spiegeln Fraktalität
- fraktale Dimensionen konvergieren für große Aggregationszahlen
- hydrodynamische Dimensionen sind ähnlich

6. Messtechnische Relevanz

– Partikelgrößenanalyse für nanostrukturierte Pulver –

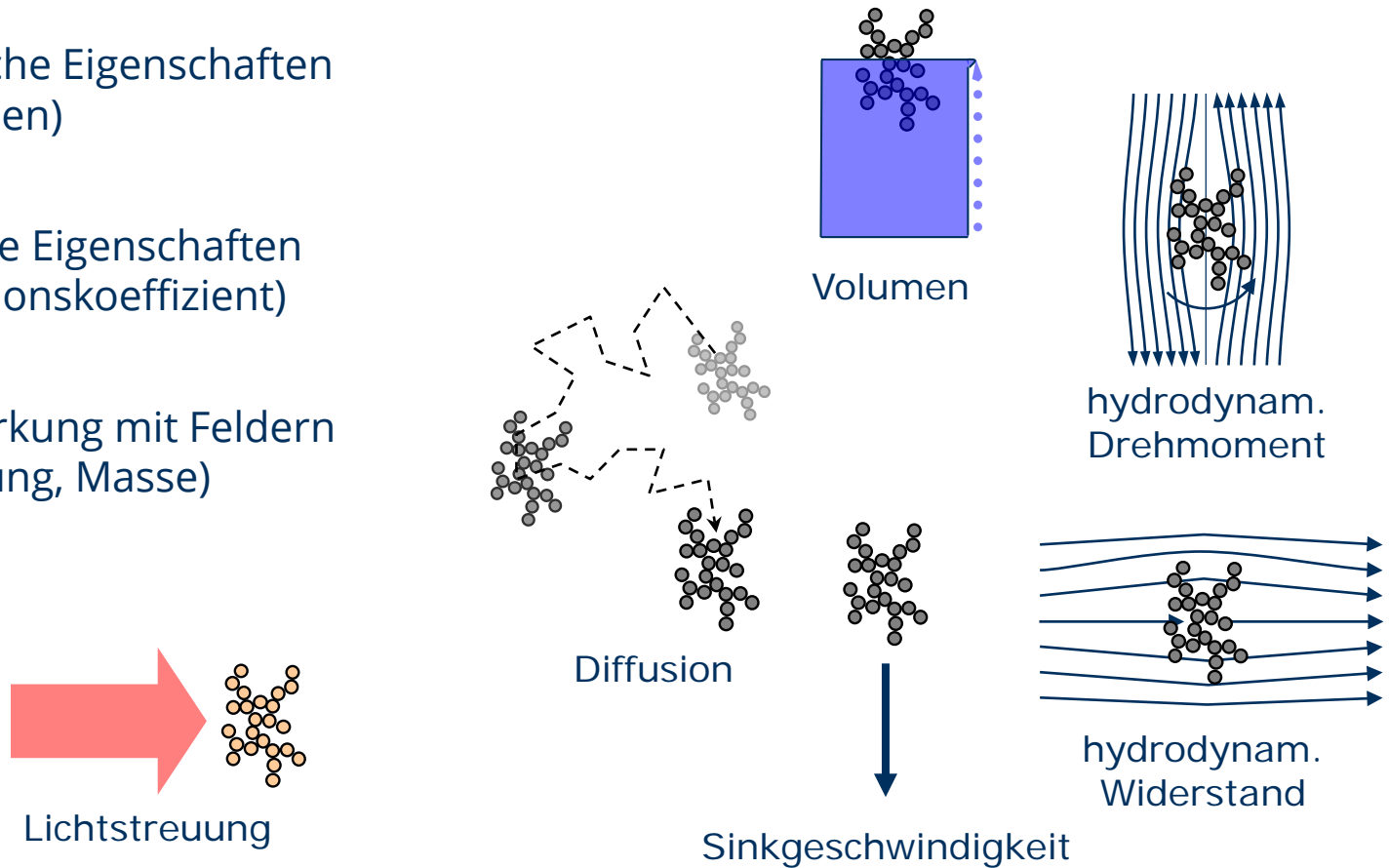
Wie „groß“ ist das abgebildet Rußagglomerat?



- „Partikelgröße“: mehrere richtige Werte für ein Partikel möglich
- Gegenfrage: wofür wird dieser Wert gebraucht?
(Sinkverhalten, katalytische Aktivität, Farbstärke)

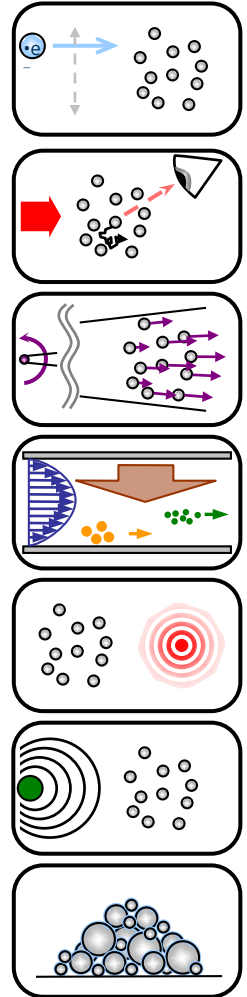
Eigenschaften von Partikelaggregaten

- geometrische Eigenschaften (z.B. Volumen)
- dynamische Eigenschaften (z.B. Diffusionskoeffizient)
- Wechselwirkung mit Feldern (z.B. Streuung, Masse)



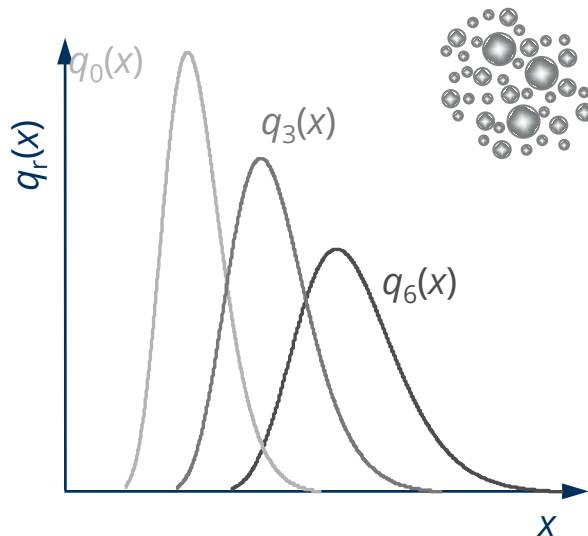
Techniken zur granulometrischen Charakterisierung

- Bildanalyse
 - Rasterelektronen- / Rasterkraftmikroskopie (SEM / SFM)
- zählende & fraktionierende Techniken für Aerosole
 - Differentielle elektrische Mobilitätsanalyse (DEMA)
 - Flugzeitzähler (TOF)
 - Trägheitsabscheidung
- zählende & fraktionierende Techniken für Suspensionen und Emulsionen
 - Partikeltrajektorienanalyse (PTA)
 - Techniken der Feld-Fluss-Fraktionierung (FFF)
 - Analytische Zentrifugation (AC)
- spektroskopische Techniken
 - Dynamische Lichtstreuung (DLS)
 - Ultraschallspektroskopie (USSp)
 - winkelaufgelöste Lichtstreuung (ALS)
- integral Techniken
 - Gasadsorptionsanalyse nach BET-Methode



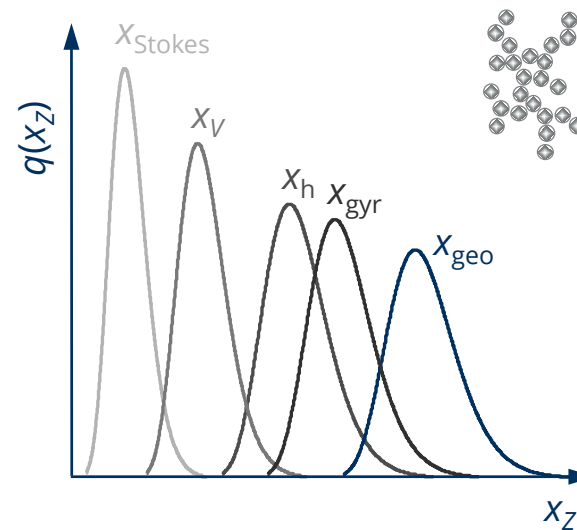
Mengenart und Äquivalentdurchmesser

Einfluss der Mengenart
(polydisperse Probe)



MA = kumulierbare Größe
(z.B. Anzahl, Oberfläche, Masse;
Trübung, Streuintensität)

Einfluss des Äquivalentdurchmessers
(nicht-sphärische Partikel und Aggregate)

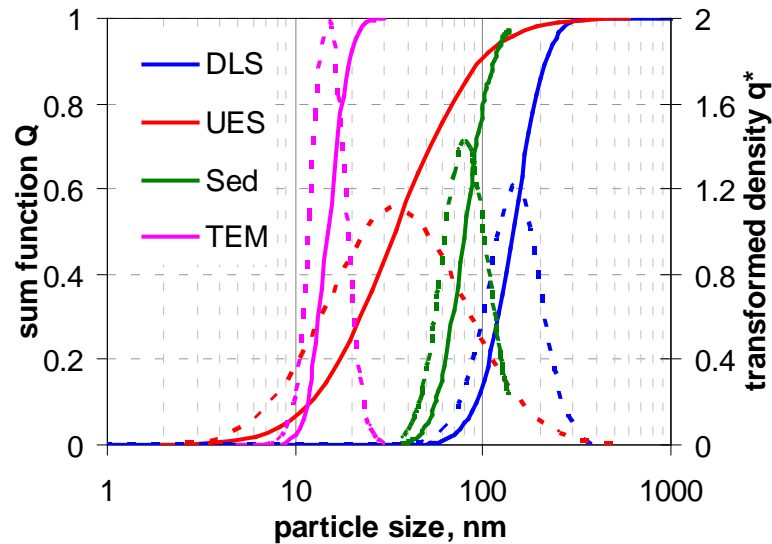


Äquivalentd. = Durchmesser einer
Kugel, die dem Partikel in einem
festgelegtem Merkmal gleich

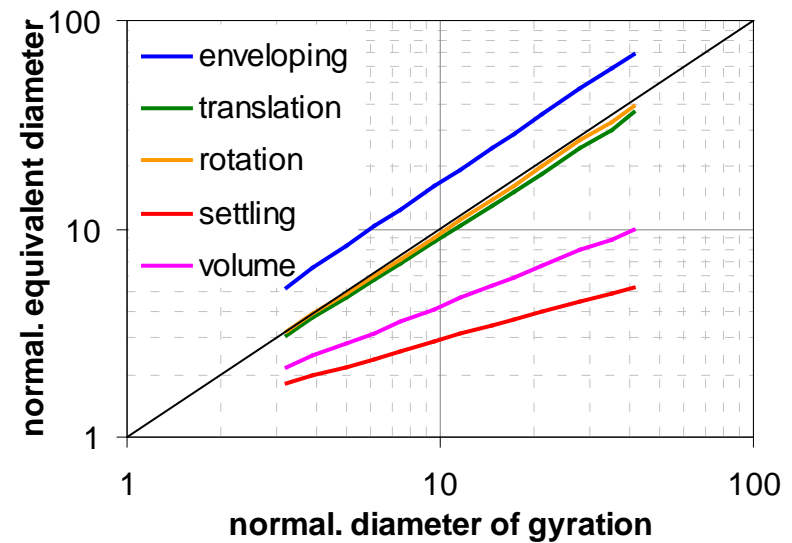
Nanostrukturierte Pulver: Signifikante Abweichungen zwischen den Messtechniken

Hinze et al., *Chem. Ing. Tech.*, 72:322-332, 2000

Babick et al., *Part. Part. Syst. Charact.*, 29:104-115, 2012



Verteilung unterschiedlicher Äquivalentdurchmesser, gewichtet in unterschiedlichen Mengenarten

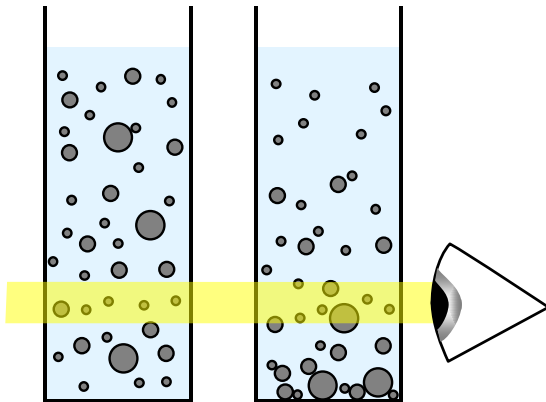


Vergleich der Äquivalentdurchmesser

Ausgewählte Charakterisierungsmethoden

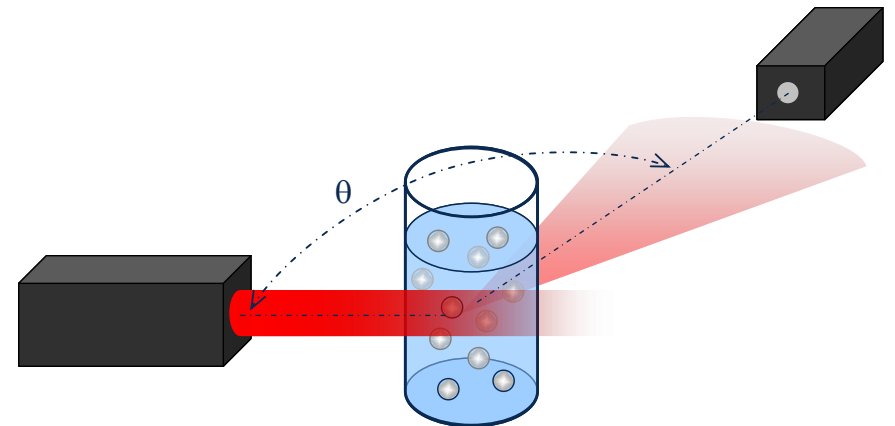
Photosedimentation:

- Merkmal: Stokes-Durchmesser
- Wichtung: Lichtextinktion
- Konzentrationseinfluss!



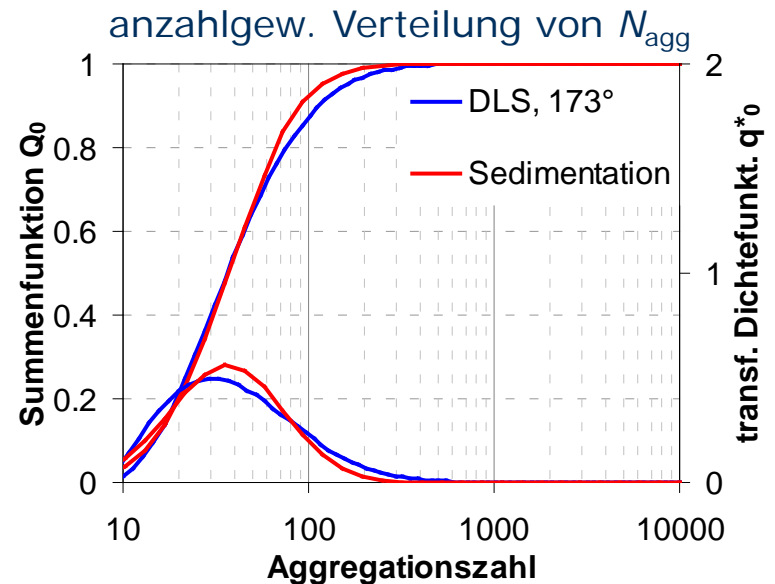
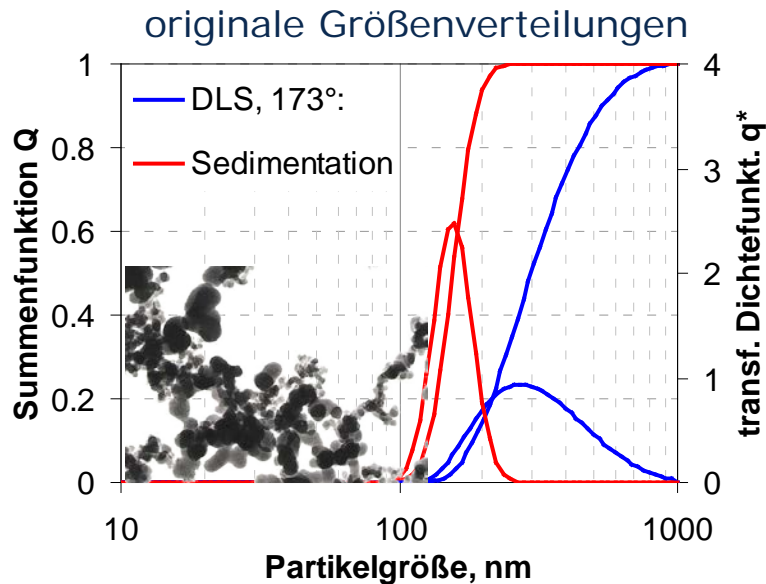
Dynamische Lichtstreuung:

- Merkmal: hydrodyn. Durchmesser
- Wichtung: Streulichtintensität
- Beachte Partikelrotation!



Messergebnis für pyrogenes SiO₂

(Babick et al., *Part. Part. Syst. Charact.*, 29(2):116-127, 2012)



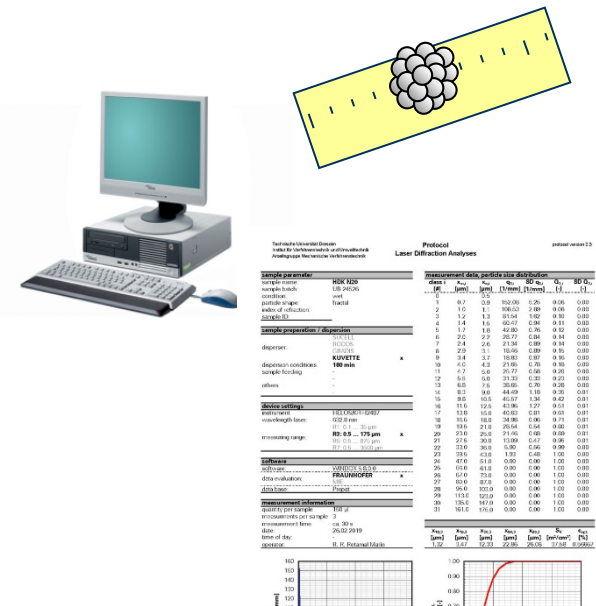
- pyrogenes SiO₂ 50 m²/g, Hintergrund: 0.001 M KNO₃, pH 9
- Vorkenntnisse zur Auswertung: i) DLCA-Struktur → $d_f = 1.8$, ii) BET → x_p

7. Präparation für die Partikelgrößenanalyse

- *Dispergierung* -

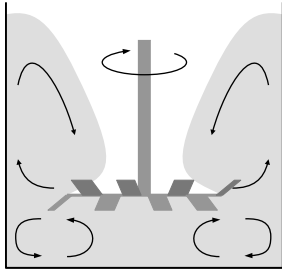
Etappen einer erfolgreichen Analyse

- Probenahme
- primäre Probenpräparation
 - Stammsuspension mit definiertem Dispersitätszustand und definierten Grenzflächeneigenschaften
 - Einstellung der Messgrößen entsprechend des Analysenzwecks
 - z.B. **Dispergieren**, pH-Einstellung
- sekundäre Probenpräparation:
 - Entnahme von Teilproben und Probenkonditionierung
 - Zufuhr von (Teil-)Proben in die Messzone
 - Konservierung der Messgrößen
 - z.B. Probenverdünnung und Temperierung
- Messung
- Datenanalyse
- Dokumentation aller Schritte und Ergebnisse
- Reinigung und Probenentsorgung



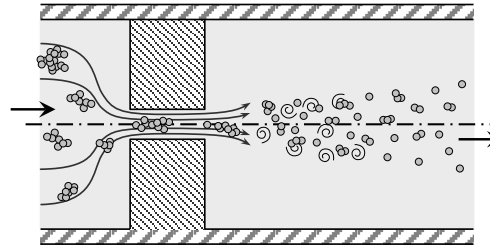
Dispergiertechniken

Scheibensysteme (Dissolver)



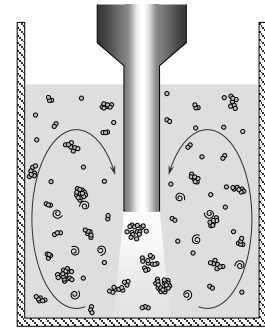
laminare Scherung in
hochviskosen Medien

Hochdrucksysteme (Düsen, Blenden, ...)



Dehnströmung in Düse,
Turbulenz im Nachlauf
(für Emulsionen)

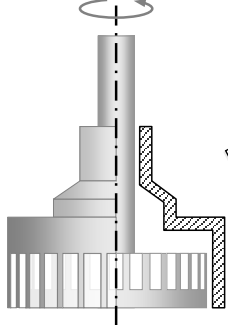
Ultraschalldispersierer



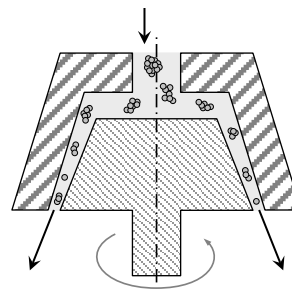
Dispergieren durch Kavitation
(Emulsionen & Agglomerate)

Rotor-Stator-Systeme

a) Zahnkranzdispersierer

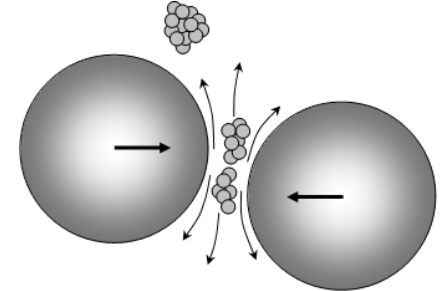


b) Kolloidmühlen



turbulente Strömung von meist niedrig viskosen Medien
(Emulgieren & Desagglomerieren)

Rührwerkskugelmöhlen



Dehnströmung zur
Desagglomeration

Geräte zum Ultraschalldispersieren (USD)

indirektes USD

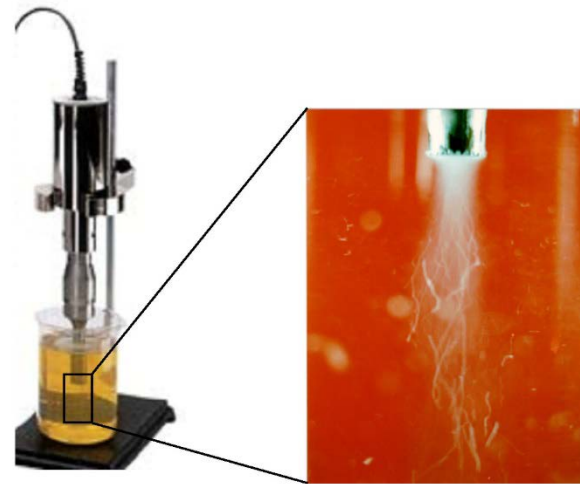


US-Wannen



*cup-horn
sonicators*

direktes USD



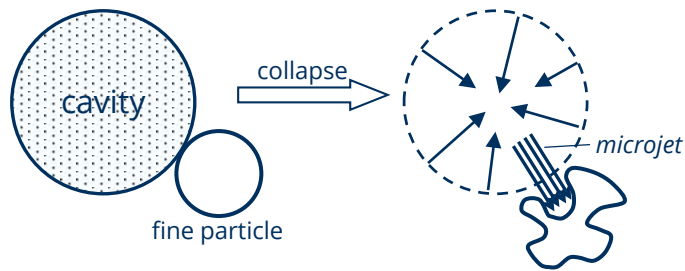
Sonotroden,
Ultraschallrüssel



vial-tweeters®

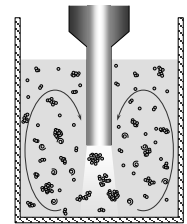
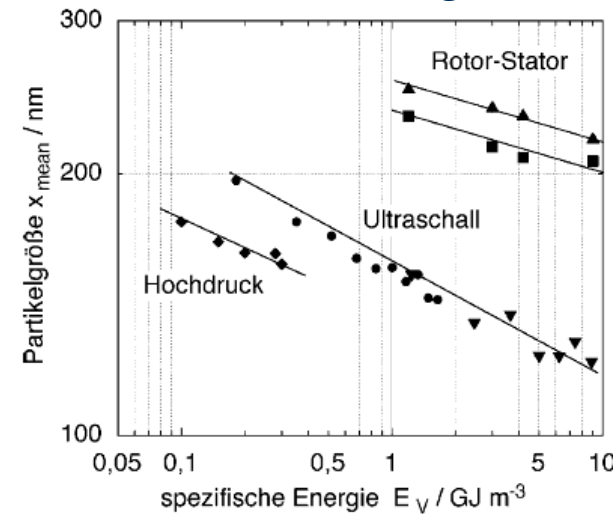
Aktuelles Verständnis des USD

Mechanismus des USD



- hochturbulente Mikroströmungen in der Umgebung von implodierenden Kavitationsbläschen ($v_{\text{micro}} \gg 100 \text{ m/s}$)
- Druck- und Scherbeanspruchung
- thermische Belastung
- Intensität des Schallfeldes bestimmt Kavitationshäufigkeit

Prozessmodell: *Energiedichtekonzept*



Pohl et al.,
Chem. Ing. Tech.,
77(3):258-262,
2005

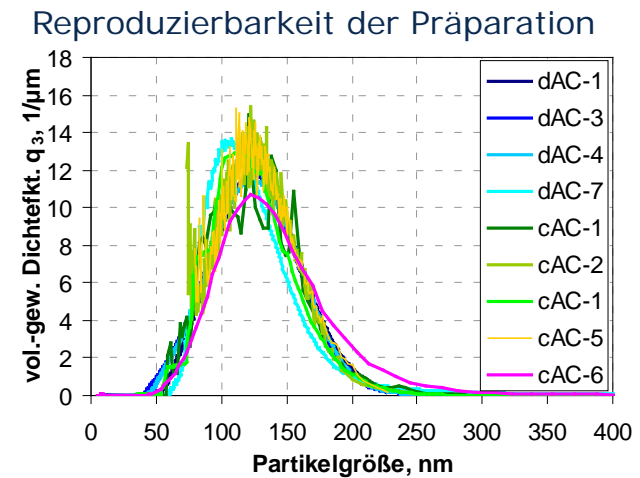
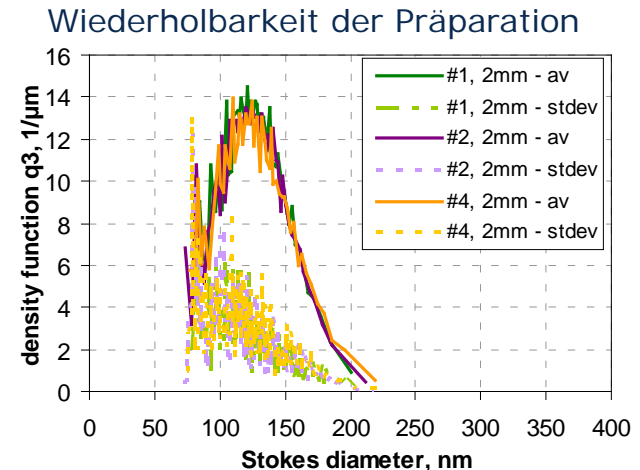
$$x \propto E_V^{-\alpha} = \left(P \cdot t / V_{\text{sample}} \right)^{-\alpha}$$

- Sonotroden-USD:
Größenänderung bestimmt durch eingetragene Energiedichte (solange keine „Endzustand“ erreicht ist)

Nutzung des USD zur Probenpräparation für die Partikelgrößenanalyse

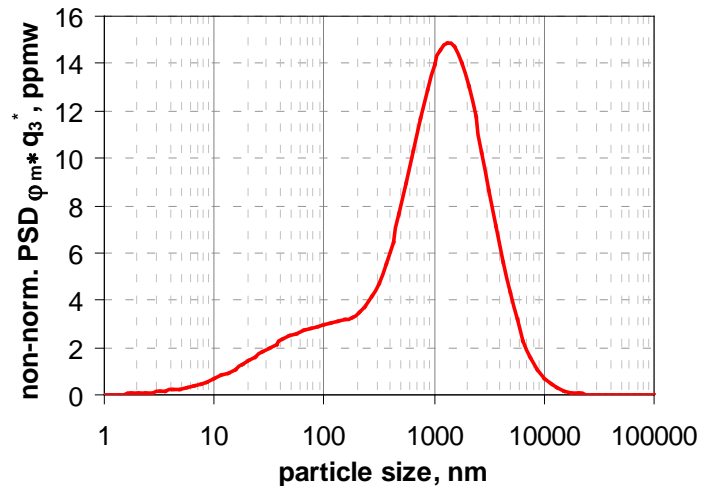
- Reproduzierbarkeit der USD
- Ringversuch zur Pigmentcharakterisierung mit Analytischer Zentrifugation
 - USD mit 200 J/mL
 - 7 Partner = 7 USD-Geräte
 - ... von verschiedenen Herstellern
 - ... mit verschiedenen Sonotroden
 - ... bei verschiedenen Einstellungen
 - **keine identischen** Einstellungen
 - aber **einheitliche Kalibrierung** des genutzten Systems auf Basis des Energiedichtekonzeptes

Babick et al., *Powder Technol.*, 338:937-951, 2018.



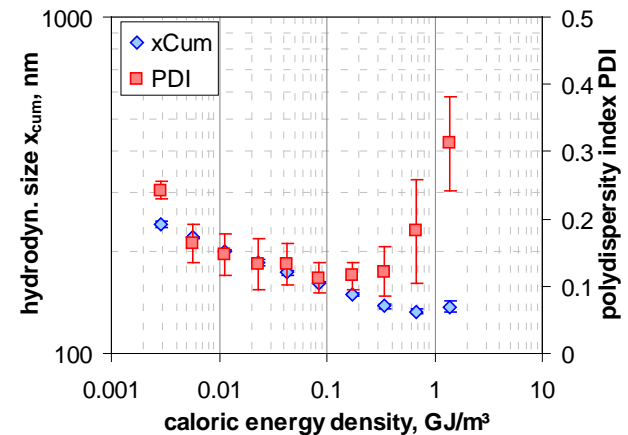
Probleme des USD im Rahmen der Partikelgrößenanalyse

- Kontamination durch Sonotrodenabrieb
- Beispiel:
 - 1 Ma.-% pyrogenes SiO₂
 - Einfluss des Sonotrodenabriebs ab 200 J/mL signifikant

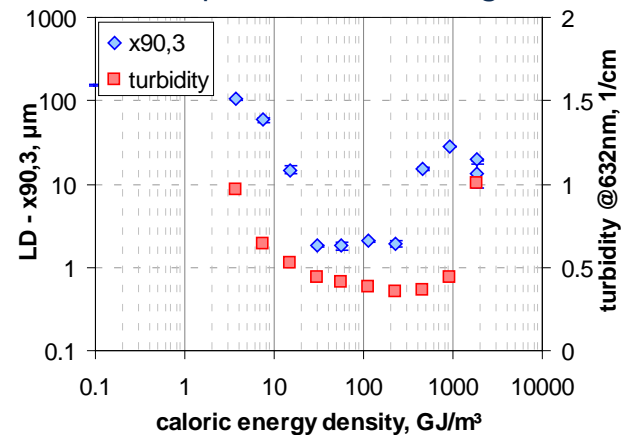


Retamal Marín et al., *Powder Technol.*, 318:451-458, 2017.

DLS – Zunahme des PDI ab 200 J/mL



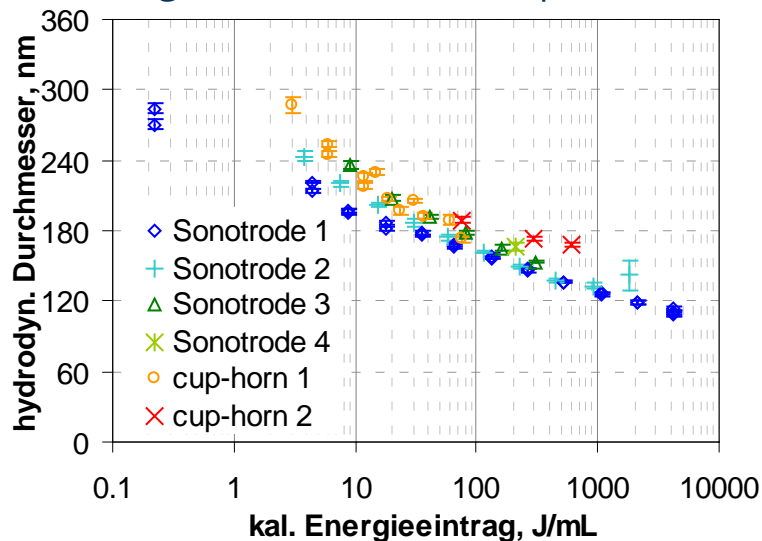
Grobpartikel & Trübung



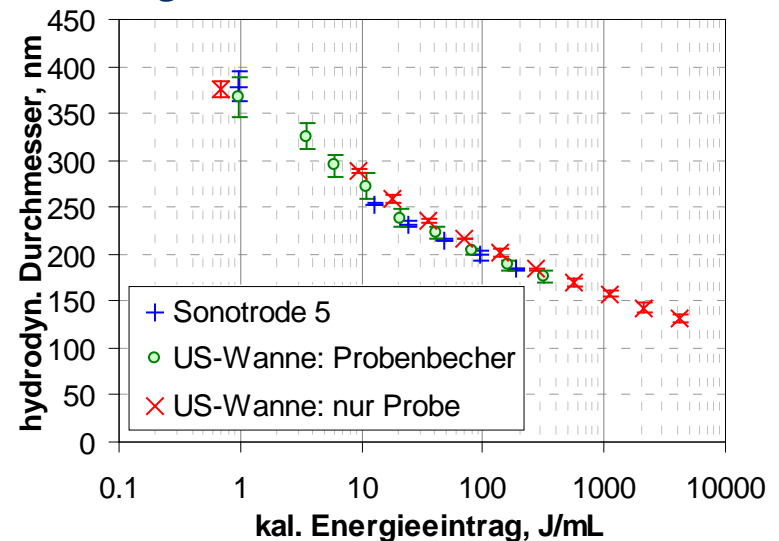
Vergleich indirektes und direktes USD

(Babick et al., *ProcessNet FG-Treffen „Partikelmessstechnik“*, Frankf./M., 06.-07.03.2019)

Vergleich Sonotrode & cup-horn



Vergleich Sonotrode und US-Wanne



- USD von pyrogenem SiO₂ (ein Produkt, verschiedene Chargen)
- Messung mit DLS (173°-links & 90°-rechts)
- wenn Kalibrierung gelingt: dann Bestätigung des Energiedichtekonzepts
→ Desagglomeration auch in Ultraschallwanne möglich

Abschluss

Zusammenfassung

- Fazit: umfangreiche Arbeiten zur Charakterisierung und Nutzung aggregierten Partikelsystemen an der MVT Dresden
- Voraussetzung:
 - Verständnis für Messtechnik, deren Verfügbarkeit
 - theoretische Analysen der Struktur-Eigenschaftsbeziehungen
 - Standardisierung und Harmonisierung mit anderen Wissenschaftsbereichen
- Anschluss:
 - Staubung und Freisetzung, Ausbreitung und Exposition, toxikologische Studien
 - Stabilitätsbewertung und Vorhersage
 - Lichtausbreitung in nanostrukturierten Photokatalysatorschichten...
- Zukunft
 - physikalische Eigenschaften von dicht gepackten Suspensionen/Partikelschichten (z.B. Streuung, Permeabilität, Homogenität)
 - nichtsphärische Primärpartikel
 - mehrparametrische Darstellung des Dispersitätszustandes

Doktoranden und Beststudenten



Uwe Kätzel: Charakterisierung pyrogener Pulver



Karin Schießl: Berechnung der Wechselwirkung zwischen Aggregaten



Edith Willmes: optische Eigenschaften von Stäbchenaggregaten



Lena Schricker: Cunningham-Korrektur für Nanopartikelaggregate



Karina Paciejewska: Suspensionsstabilität von Nanomaterialien



André Nogowski: Charakterisierung von Nanopartikeln in Böden und Fließgewässern



Renato Retamal Marín: nanostrukturierte Materialien in Formulierungen der Lebensmittel und Kosmetikindustrie



Christian Ullmann: nanostrukturierte Materialien in Formulierungen der Farben und Lacken



Lars Hillemann: Charakterisierung von Aerosolen



Daniel Göhler: Freisetzung, Ausbreitung und Exposition von Nanomaterialien



Lê Hoài Nga: nanostrukturierte Photokatalystoren in Suspensionsreaktoren



PHAN Duy Dũng: nanostrukturierte Photokatalystoren in Membranreaktoren



Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!