

# Forschungsaktivitäten der Dresdner MVT

*Prozesse – Produkte – Partikel*

PD Dr.-Ing. habil. Frank Babick

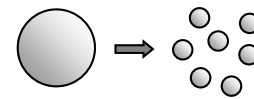
PVT-Seminar, 27. Oktober 2023

# Mechanische Verfahrenstechnik (MVT)

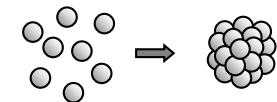
= Partikeltechnologie

= Veränderung und Handhabung disperser Systeme

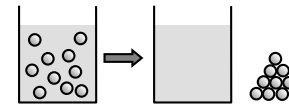
- Ziel:
  - definierte Produkteigenschaften
- Gegenstand:
  - mechanische Grundprozesse
  - Partikelsynthese
  - Lagerung, Transport, Dosierung
  - Partikelgrößenanalyse
- erfordert u.a.:
  - Beschreibung der Partikelmerkmale
  - Verständnis des physikalischen Verhalten von Partikelsystemen



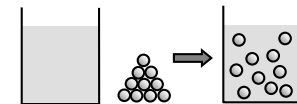
Zerkleinern



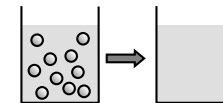
Agglomerieren



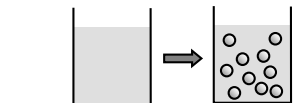
Trennen



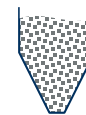
Mischen



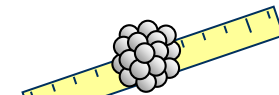
Lösen



Fällen/Kristallisieren

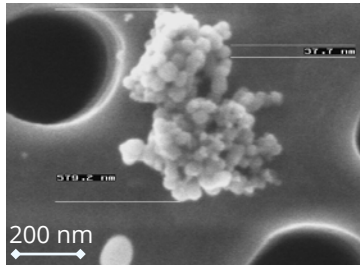


Handhabung

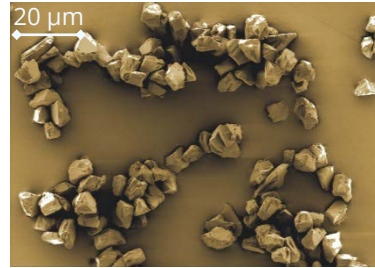


Partikelanalyse

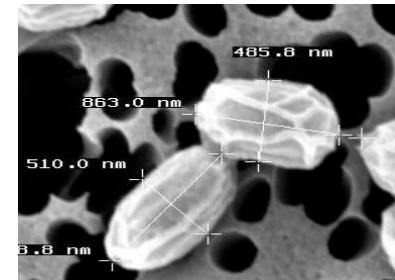
# Gegenstand der Partikeltechnologie: Partikelsysteme



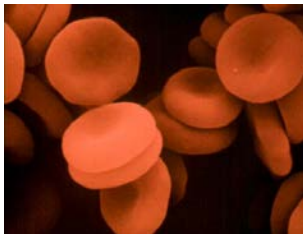
Dieselrußaggregat



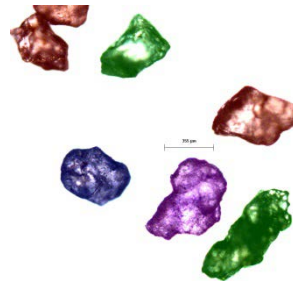
Diamantteilchen



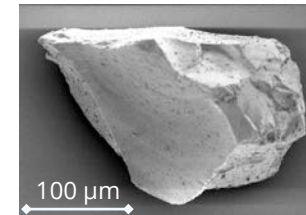
*Bacillus subtilis*  
biologisches Fungizid



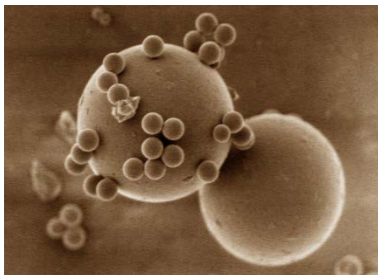
rote Blutkörperchen



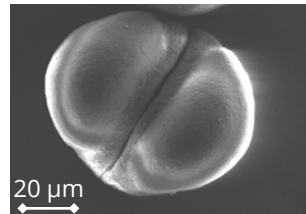
Sandkörner



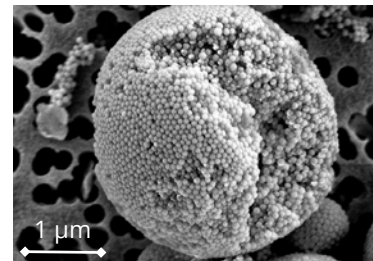
Schleifpartikel



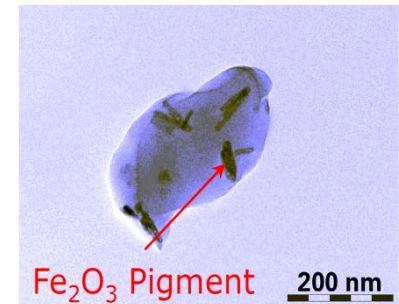
Glaskugeln zum  
Sandstrahlen



Fichtenpollen



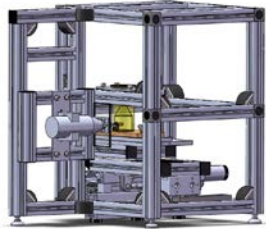
Trocknungsagglomerat



Lackabrieb mit  
Buntpigment

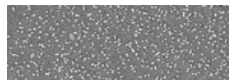
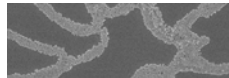
# Forschungsthemen der Dresdner MVT

## Methoden zur Partikelcharakterisierung

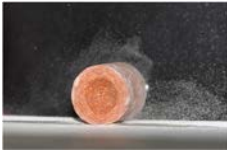


Nachstellen der Feinstaubbildung

Anfertigung von  
Mikroskopie-  
präparaten



Partikel-  
freisetzung  
aus Pulvern

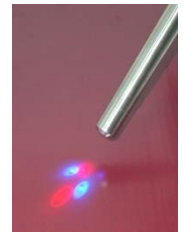


## Entwicklung von Partikelsensoren

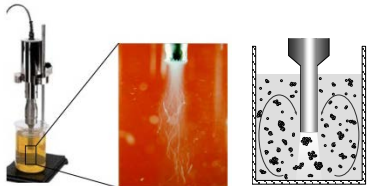


Messgeräte für  
Umweltaerosole und  
Verbrennungsabgase

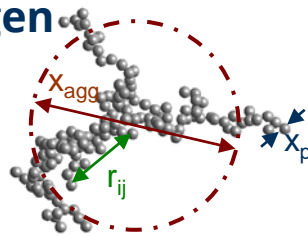
akustische und optische  
inline-Sensoren zur  
Partikelgrößenanalyse



## Physikalische Grundlagen



definiertes Dispergieren  
von Partikelagglomeraten



Eigenschaften fraktaler  
Partikelagglomerate



optische Eigenschaften  
von Partikelsystemen

## Partikelbasierte Prozesse

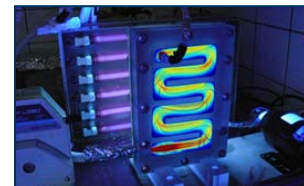
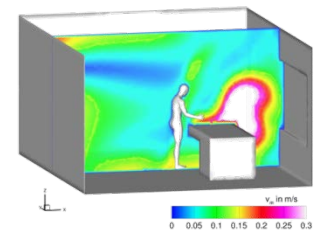
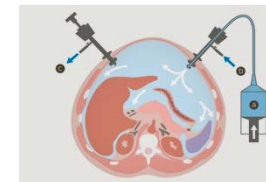


Photo-  
katalytische  
Abwasser-  
behandlung

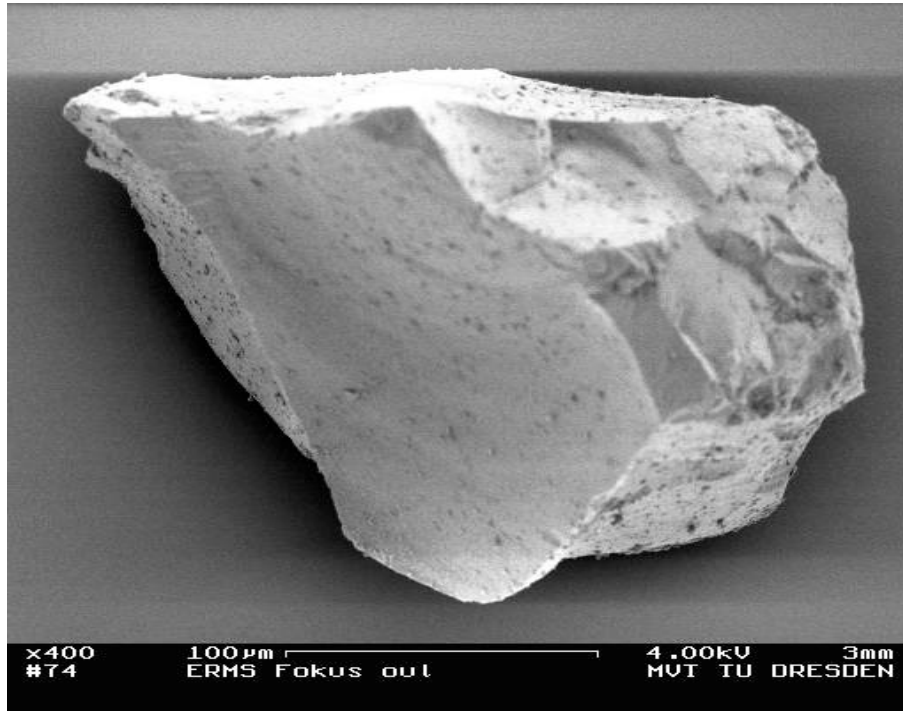
aerosolbasierte  
Chemotherapie  
für Bauch- und  
Brustraum



Nanopartikel-  
ausbreitung  
an Arbeitsplätzen

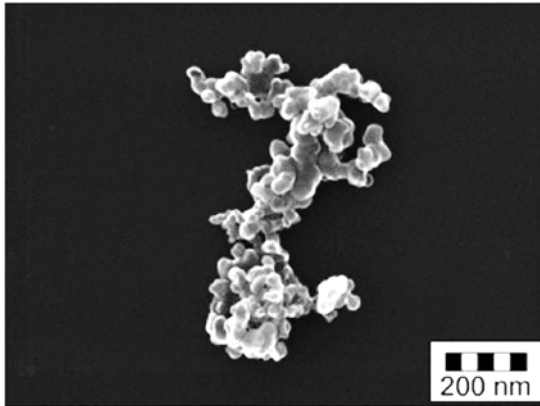
# 1. Produkte und Partikel

# Schleifpartikel



# Industrieruße (*Carbon Black*)

21



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



elektrisch leitende Schläuche



Druckpasten



Farbpigmente



Verstärkung von Elastomeren

# Emulsionen



Sonnencreme



Milch



Lotions und Cremes



Getränke



Herbizite



parenterale Emulsionen

# Anstrichfarben und Pigmente



# Produkteigenschaften

- inhärente Materialeigenschaften
  - physiko-chem. Eigenschaften, die nur von thermodynam. Zustandsgrößen abh.
  - z.B. Dichte, dielektrische Funktion, Elastizitätsmodul, Schmelztemperatur
- milieubestimmtes Materialverhalten
  - physiko-chem. Eigenschaften, die vom umgebenden Milieu abhängen
  - z.B. Löslichkeit; Streuvermögen, Reflektivität
- verarbeitungsbedingte Materialeigenschaften
  - physiko-chem. Eigenschaften, die von der Herstellung & Verarbeitung abhängen
  - z.B. Dispersitätszustand, Mischungszustand
- Grenzflächeneigenschaften
  - physiko-chem. Eigenschaften der Grenzfläche, abh. von der Materialpaarung
  - z.B. Oberflächen- bzw. Grenzflächenenergie, Lyophilie, isoelektrischer Punkt
- Reaktion der Umwelt auf das Material
  - toxikologische, ökotoxikologische, sensorische Eigenschaften
- anwendungsbezogene Stoffeigenschaften
  - Stabilität, Explosionsgrenzen

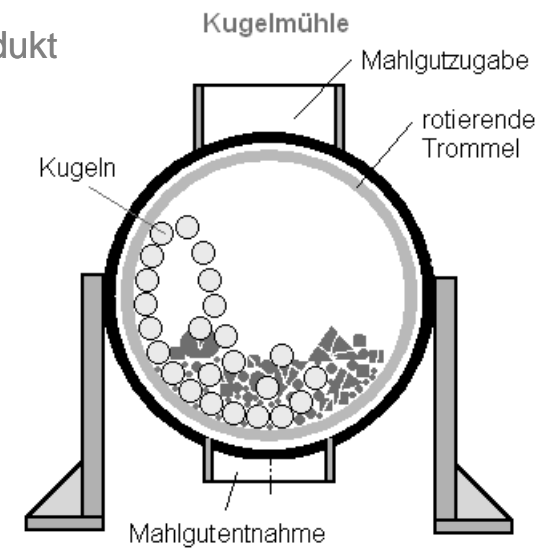
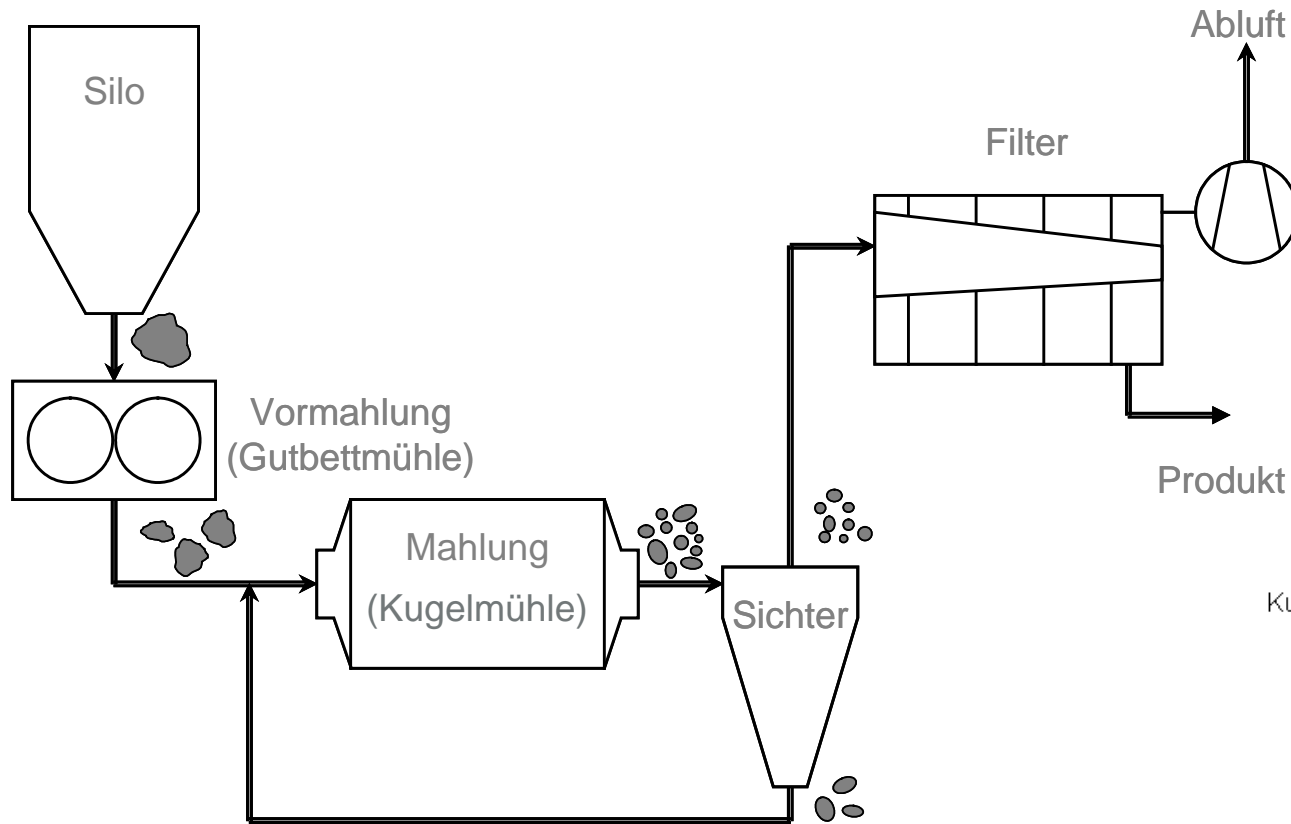
# Anwendungsbezogene Stoffeigenschaften

- Stabilität (bzgl. Entmischung, Agglomeration, Oxidation, Schimmel, ...)
- Stresstoleranz (bzgl. dynamischer Belastung, Wechsel der Umgebungsbedingungen)
- Dispergierbarkeit
- Dosierbarkeit, Rieselfähigkeit, Wandhaftung
- Staubung und Partikelfreisetzung
- Schalldämmung
- Deckkraft und Farbton
- Homogenität (einer Beschichtung, Suspension, Pulvermischung, ...)
- Besonderheiten der Messung
  - i.d.R. physiko-chemische Kenngrößen
  - anwendungs- bzw. produktspezif. Anforderungen und Toleranzen
  - mehrdeutige bzw. mehrdimensionale Begriffe (z.B. Stabilität, Dispergierbarkeit; auch Frequenzabh. der Schalldämmung)
  - standardisierte Methoden nicht immer verfügbar

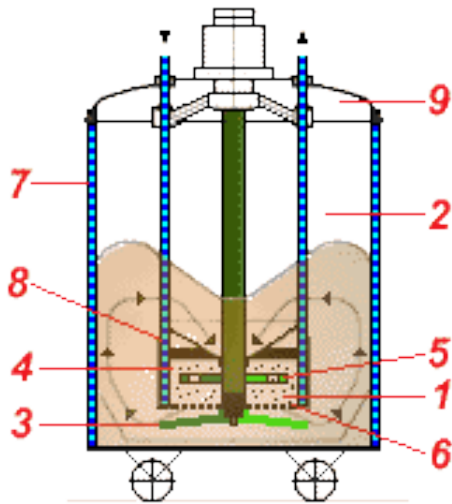


## 2. Prozesse

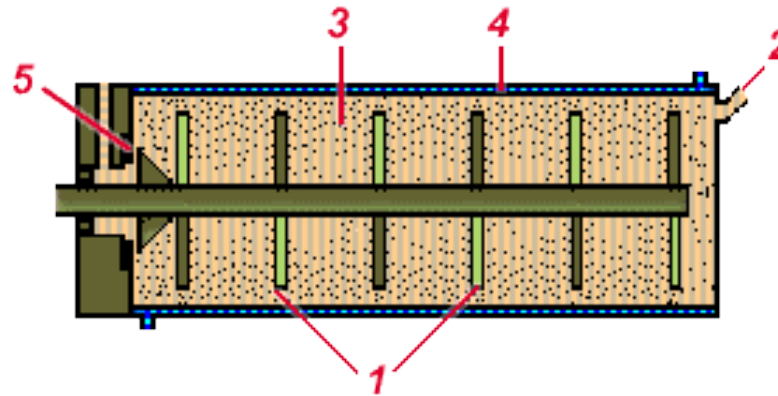
# Trockenmahlung von Farbpigmenten



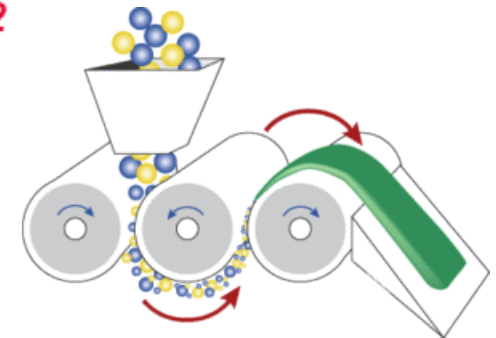
# Nassmahlung von Farbpigmenten



**Scheibendispergierer**  
(Dissolver)



**Rührwerkskugelmühle**

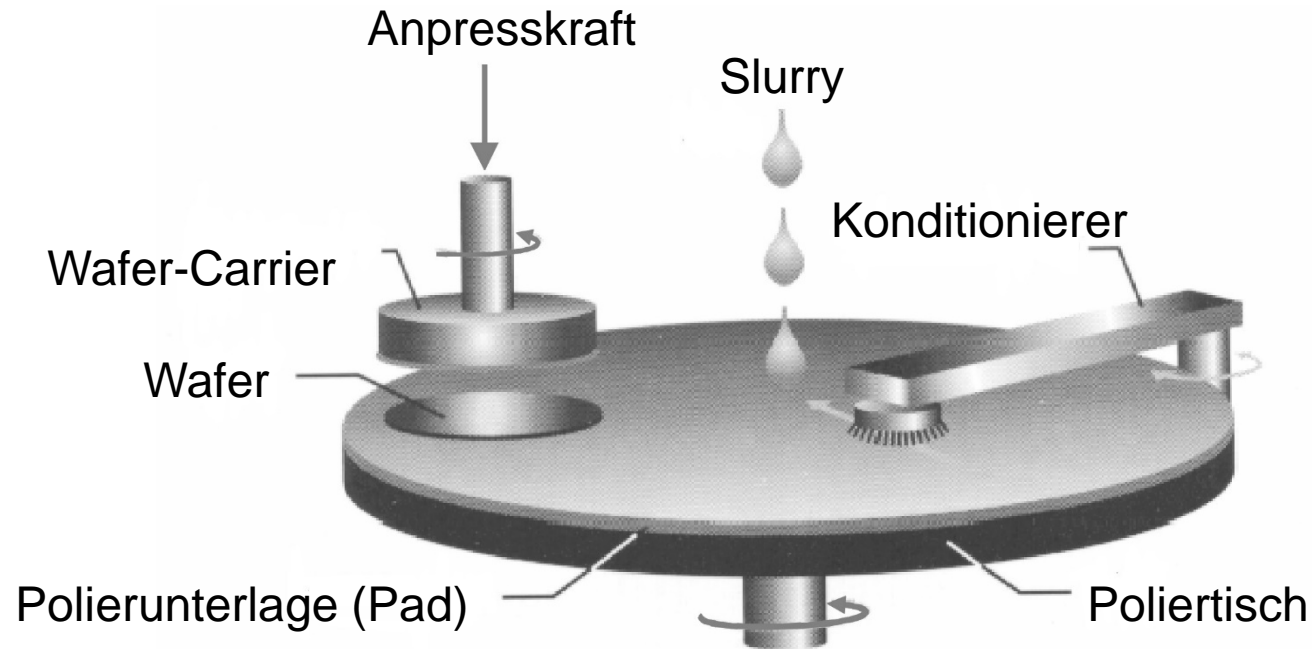


**3-Walzen-Stuhl**

[http://www.exakt.de/uploads/RTEmagicC\\_illu\\_dww.gif](http://www.exakt.de/uploads/RTEmagicC_illu_dww.gif)

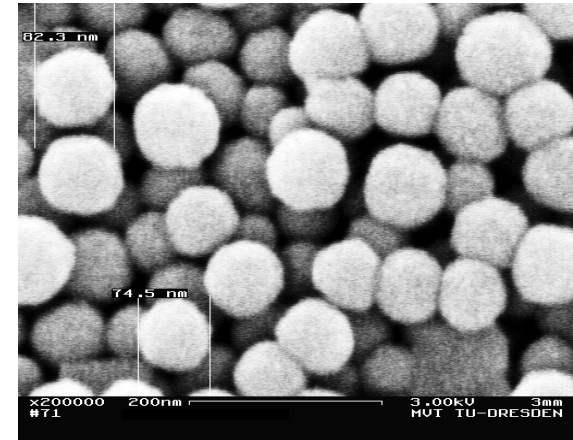
[http://berufschule.com/druck/d\\_a\\_c\\_e.htm](http://berufschule.com/druck/d_a_c_e.htm)

# Chemisch-Mechanisches Polieren (CMP)

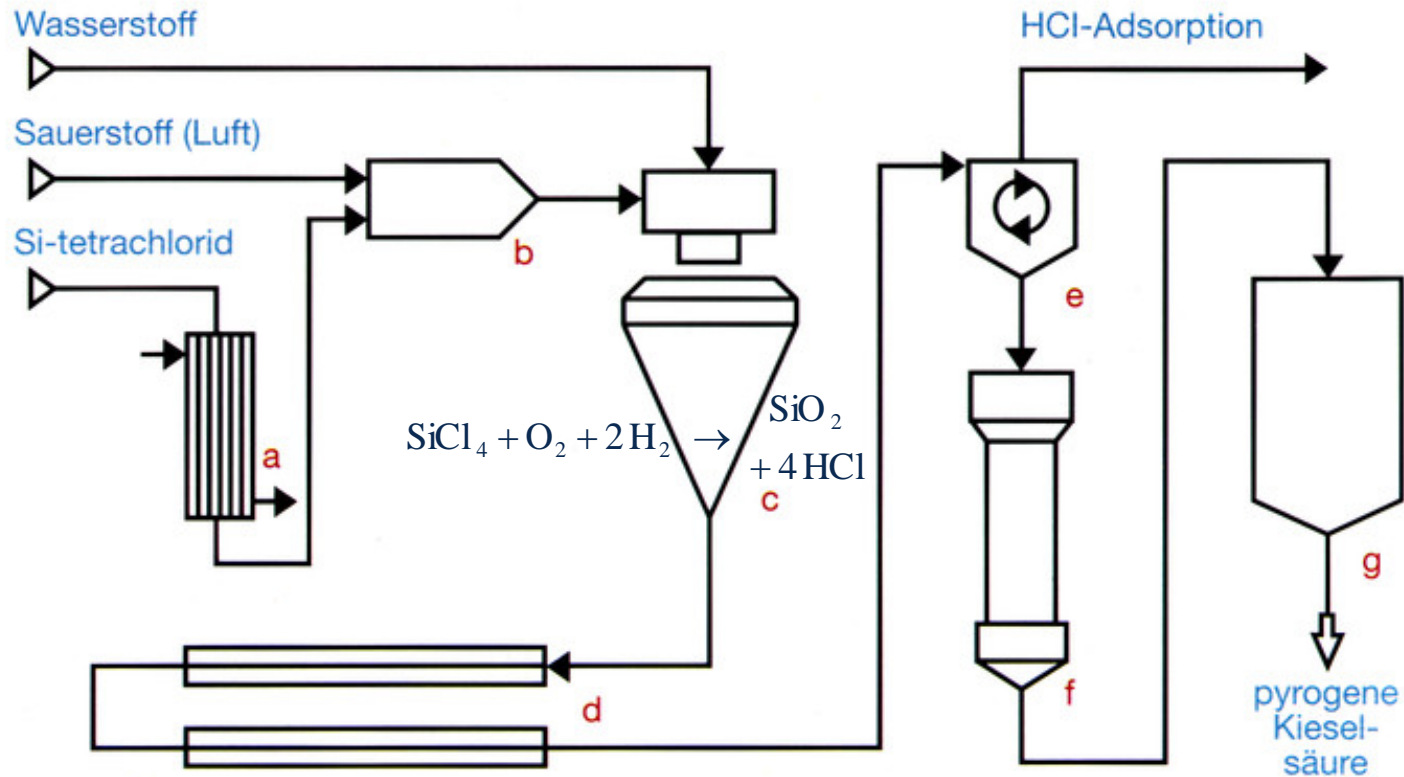


# CMP-Suspensionen / CMP-Slurries

- **Partikel:**
  - Siliziumdioxid, Ceroxid,  $\text{Al}_2\text{O}_3$
  - Partikelgröße: 20 - 200 nm
  - Feststoffgehalt: 1 - 30 Ma.-%
- **Chemikalien:**
  - Oxidationsmittel ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $\text{NO}_3^-$ , ...)
  - Inhibitoren
  - Komplexbildner ( $\text{NH}_3$ , Amine, ...)
  - Stabilisatoren (Polyelektrolyte)
  - pH-Puffer ( $\text{KOH}$ ,  $\text{NH}_4\text{OH}$ ; Azetate, ...)
  - Bakterizide, Fungizide



# Flammensynthese von SiO<sub>2</sub> (Aerosilprozess)



a: Verdampfer

b: Mischkammer

c: Brenner

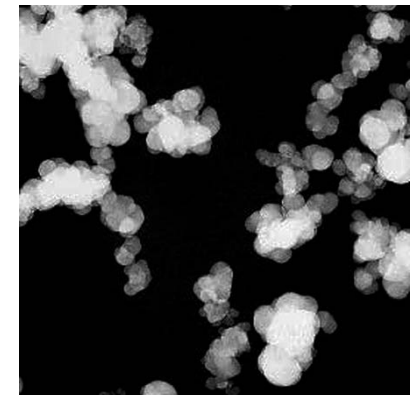
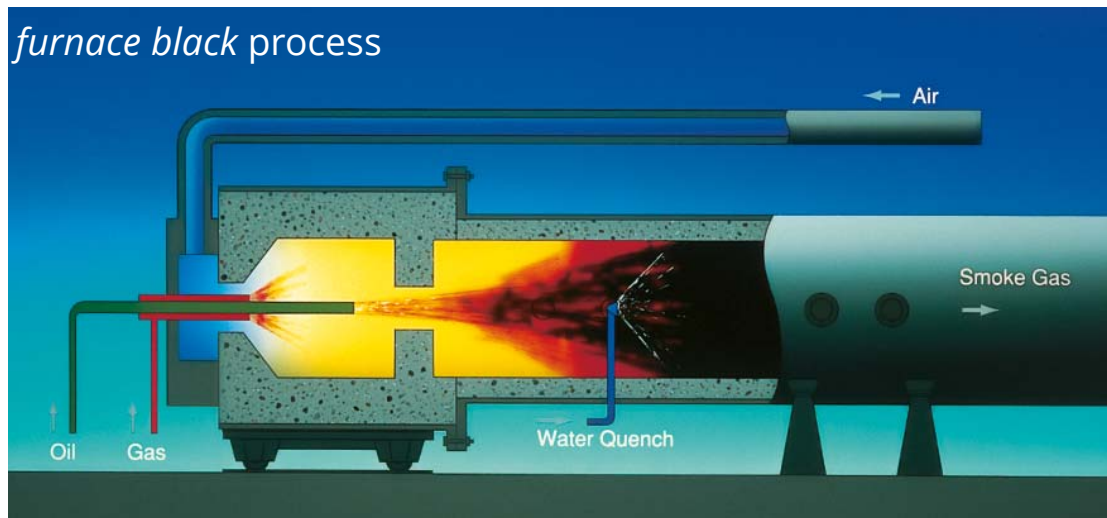
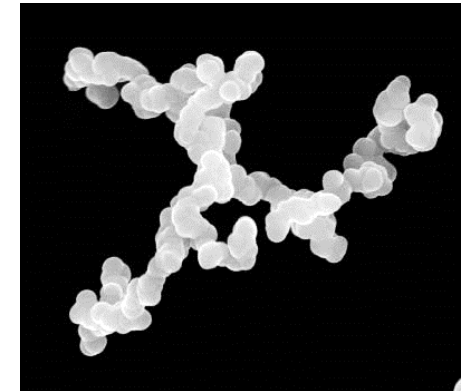
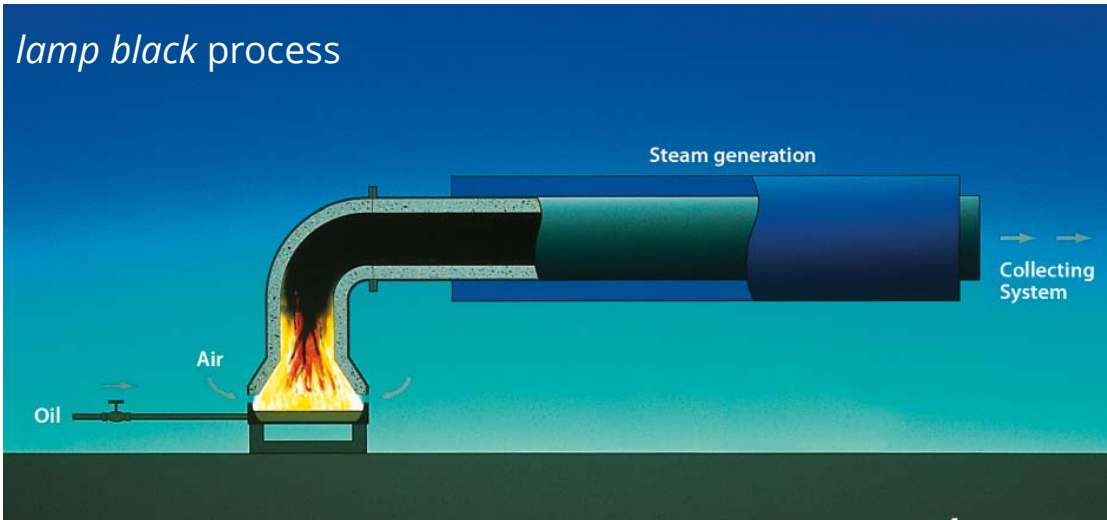
d: Kühlstrecke

e: Abscheidung

f: Entsäuerung

g: Silo

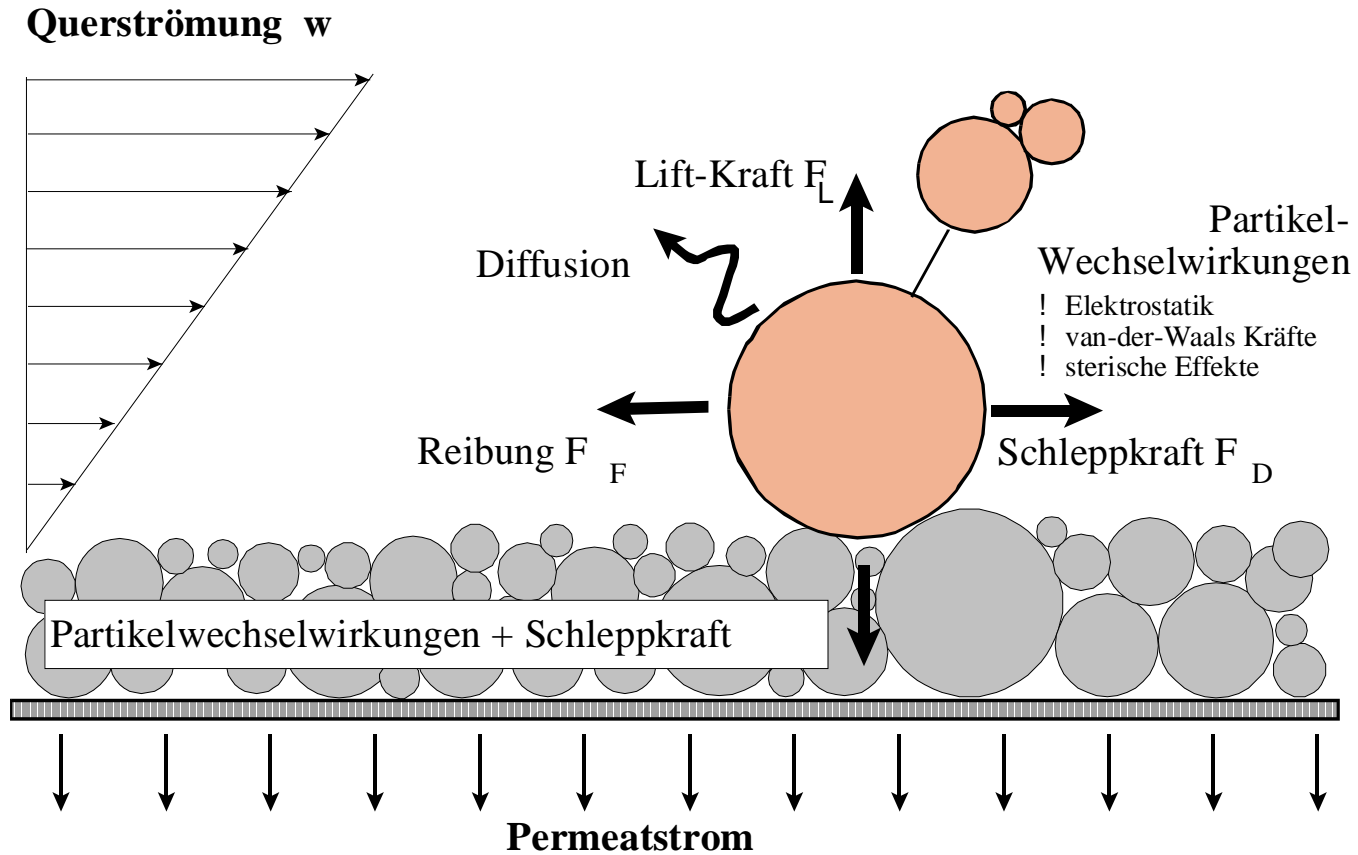
# Synthese von Industrieruen



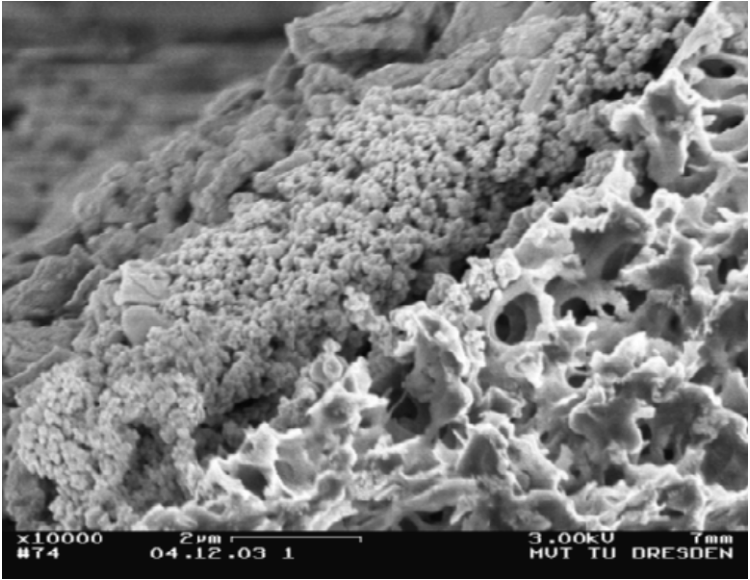
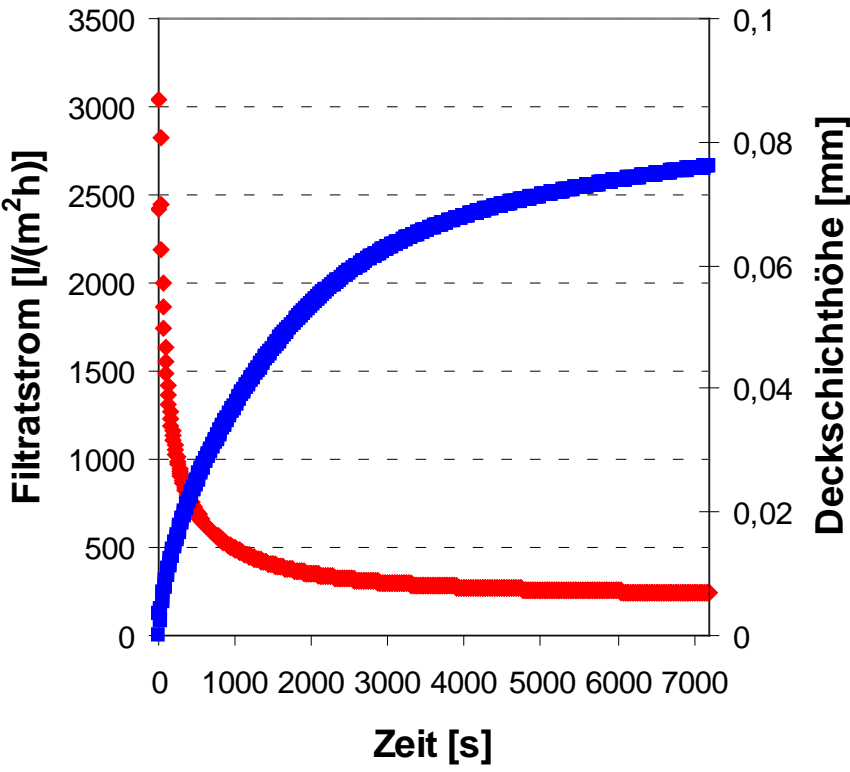
# 3. Modellbildung

## - Beispiel Querstromfiltration -

# Querstromfiltration



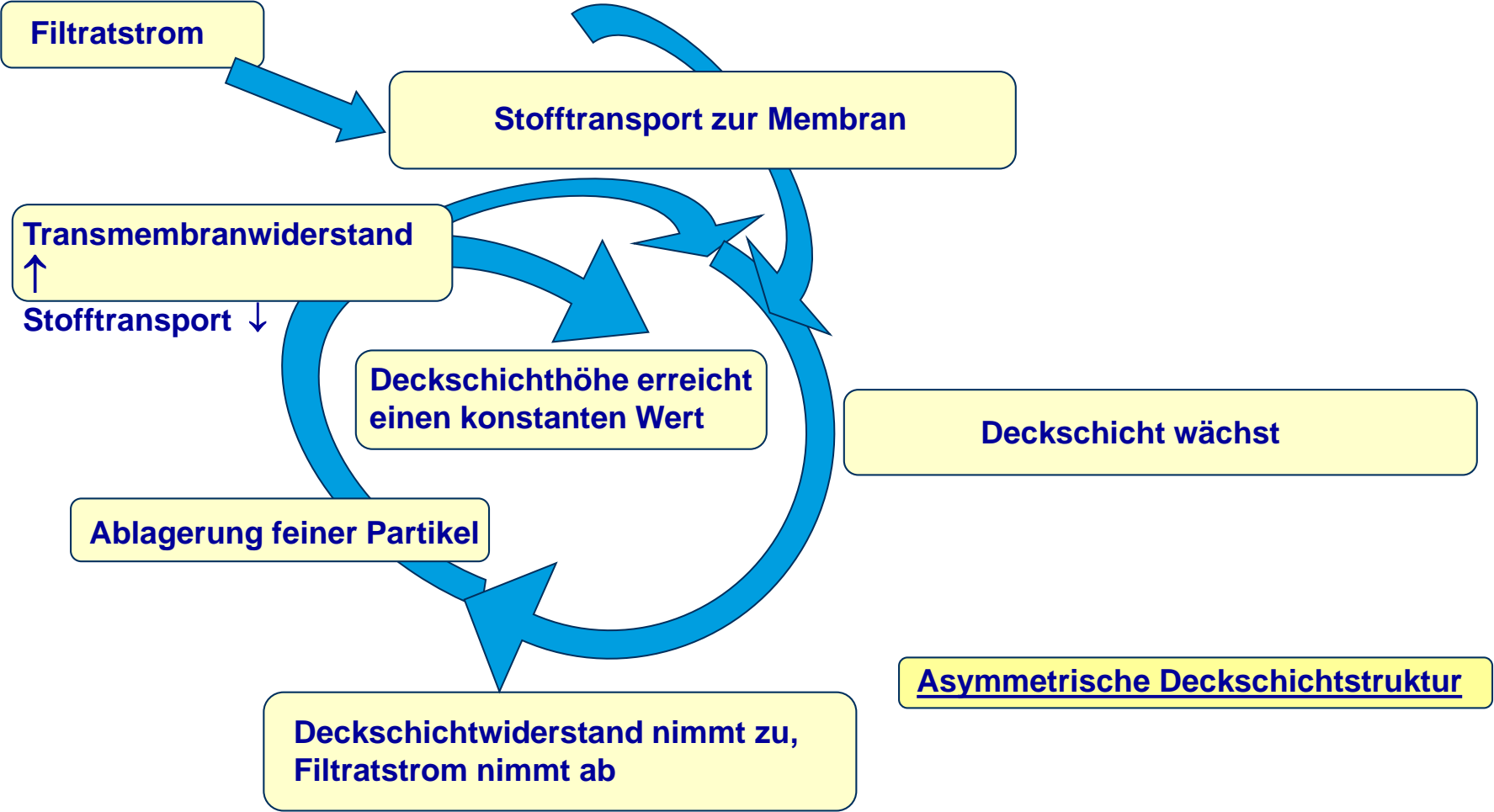
# Deckschichtbildung bei der QS-Filtration



# Modellbildung für die Querstromfiltration

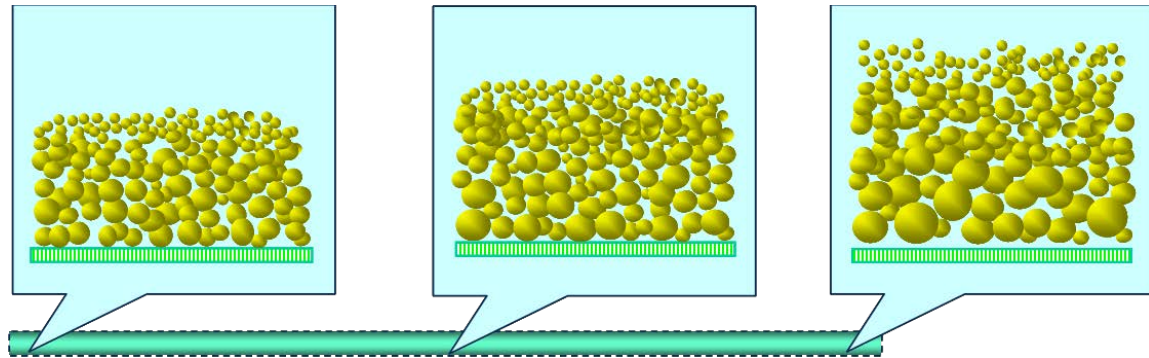
- Welche Fragen soll das Modell beantworten?
- Wie gelangt man zu entsprechenden Modellen?

# Modellbildung für die Querstromfiltration

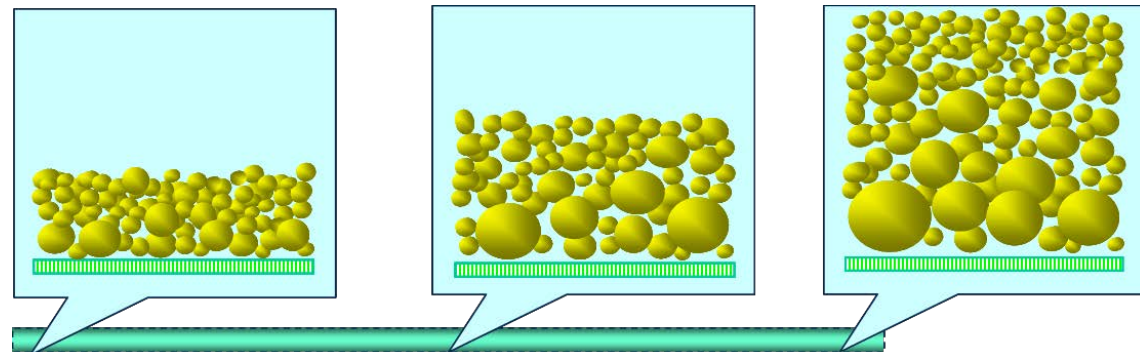


# Deckschichtstrukturen entlang der Kapillarmembran

**Fein und eng  
verteiltes  
Stoffsystem**



**Grob und breit  
verteiltes  
Stoffsystem**

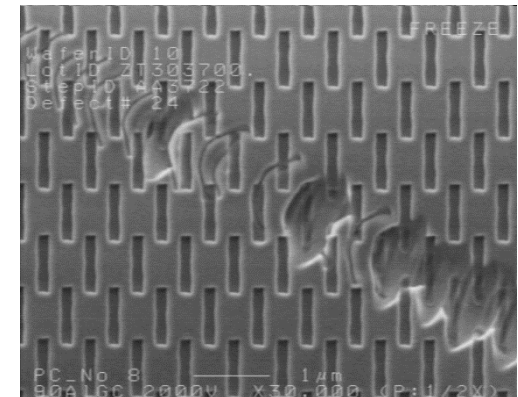
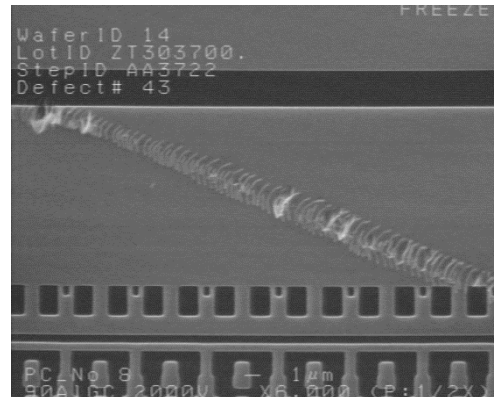
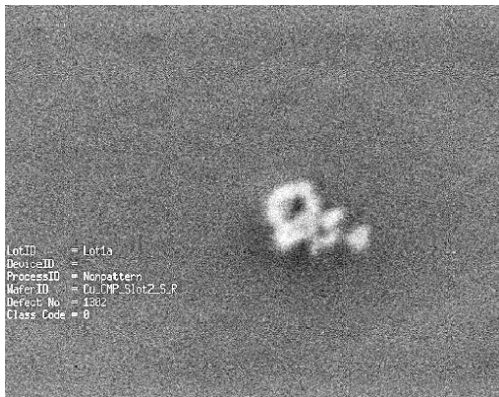
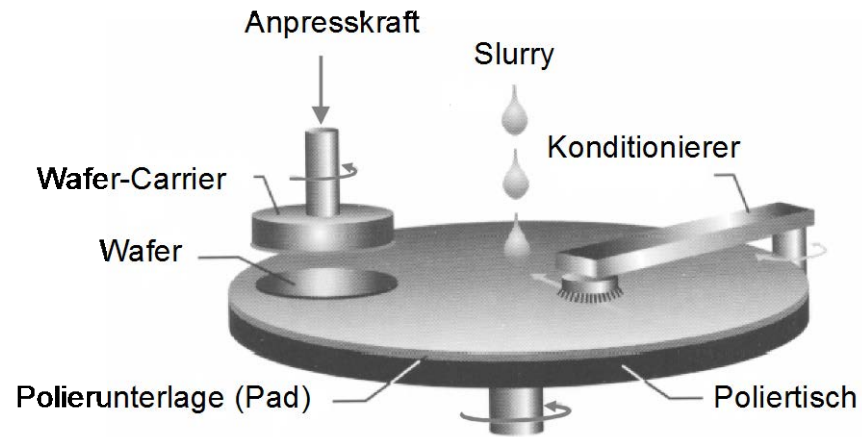


# 4. Online-Messtechnik

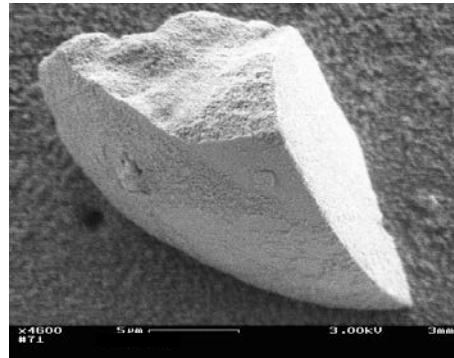
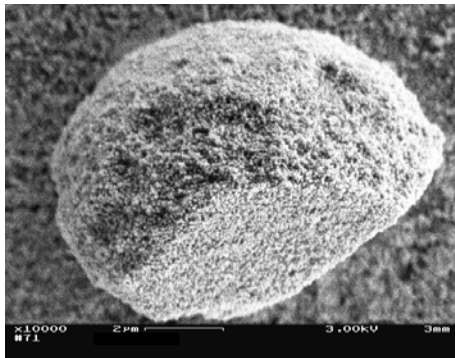
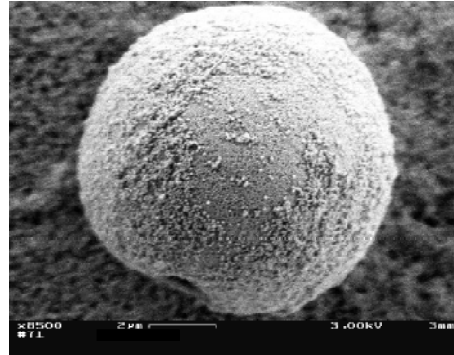
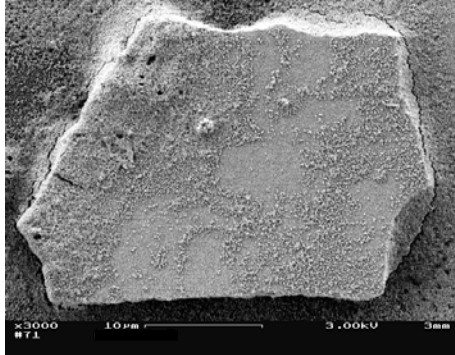
# Was heißt Online-Messtechnik?

- off-line
  - Messung in Raum & Zeit deutlich vom Prozess getrennt
  - Probenahme, Probenkonservierung und – vorbereitung
- on-line / in-line
  - Messung nah am / im Prozess, in „Echtzeit“
    - on-line: Probenahme, eventuell Probenvorbereitung
  - keine Wiederholungsmessung
  - typische Probleme:
    - i.d.R. strömende bzw. bewegte Medien
    - Temperaturen, Drücke, pH-Werte etc.: erhebliche Variation oder extreme Werte
    - relevante Modellparameter sind unbekannt
    - allmähliche Verschmutzung der Messzone / Messfenster
    - Abrasion der Messsonden oder Probenahmesonden
    - unsachgemäßer Gebrauch (z.B. als Trittbrett) → *monkey-proofed design*
  - ¡Messtechnik muss an Prozess angepasst werden!

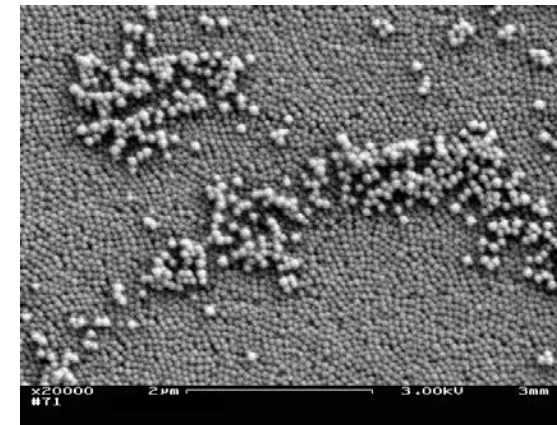
# Warum Online? – Beispiel: CMP-Prozess



# Großpartikeln in CMP-Slurries



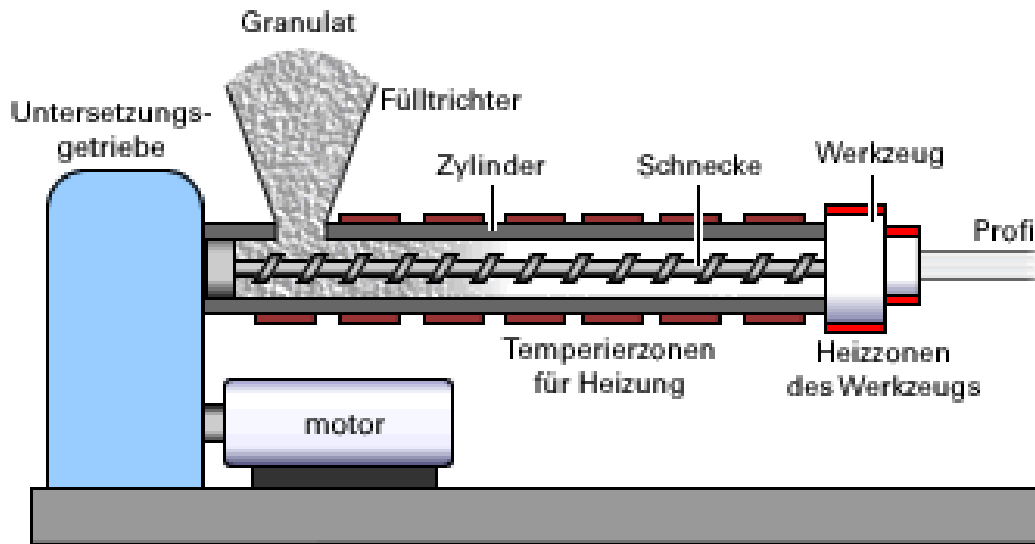
Vergrößerung der Agglomeratoberfläche



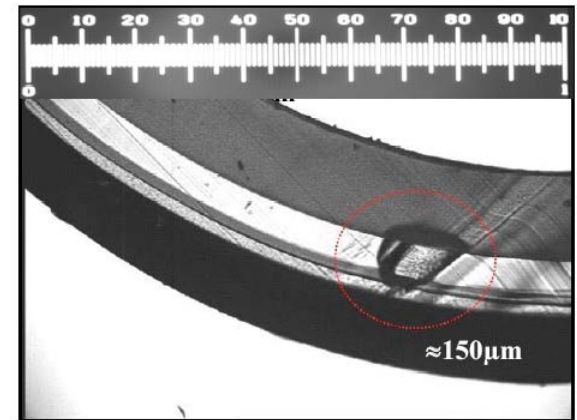
Slurry-Agglomerate (Kieselsol, Grobput 5 µm-Sieb)

**Großpartikelgehalt:**  
ca. 10 ppm aller Feststoffpartikel

# Beispiel: Grobpartikeldetektion am Extruder



[http://www.gealan.de/unternehmen/kernkompetenzen\\_1.html](http://www.gealan.de/unternehmen/kernkompetenzen_1.html)



Fremdpartikel in einem extrudierten Mehrschichtrohr  
→ potenzielle Bruchstelle

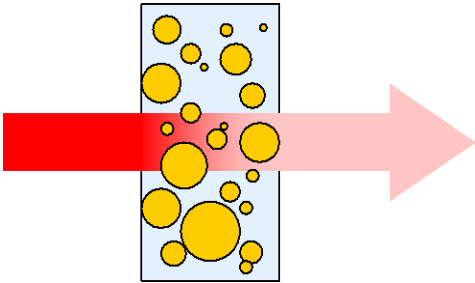
# Überwachung von Partikelprozessen

- Welche physikalischen Prinzipien scheinen Ihrer Ansicht nach geeignet zu sein?

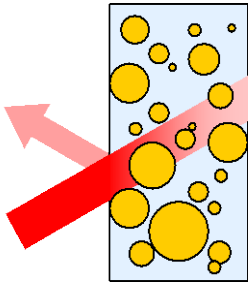
# Photometrische Messprinzipien

## Beobachtungswinkel

Transmission

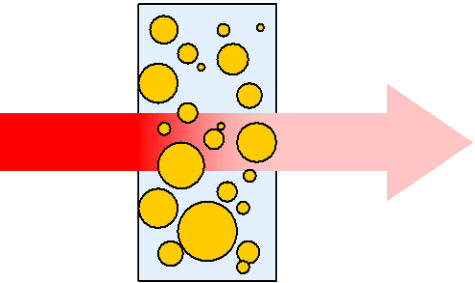


Rückstreuung

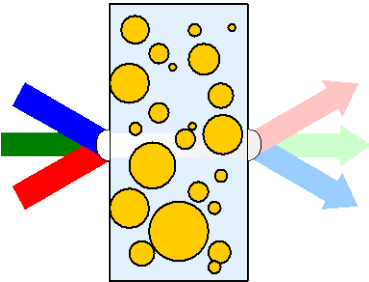


## Lichtquelle

monochromatisch

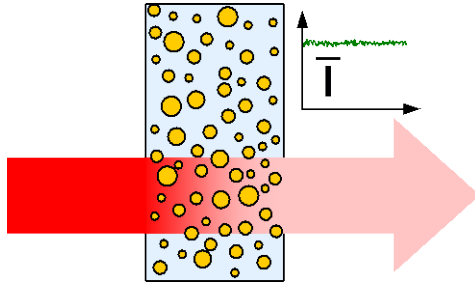


spektral

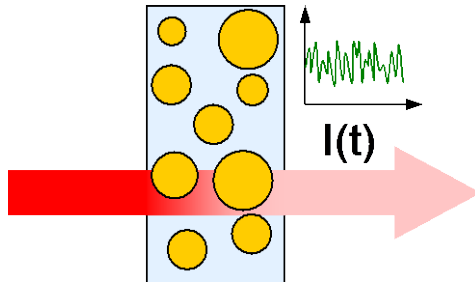


## Signalverarbeitung

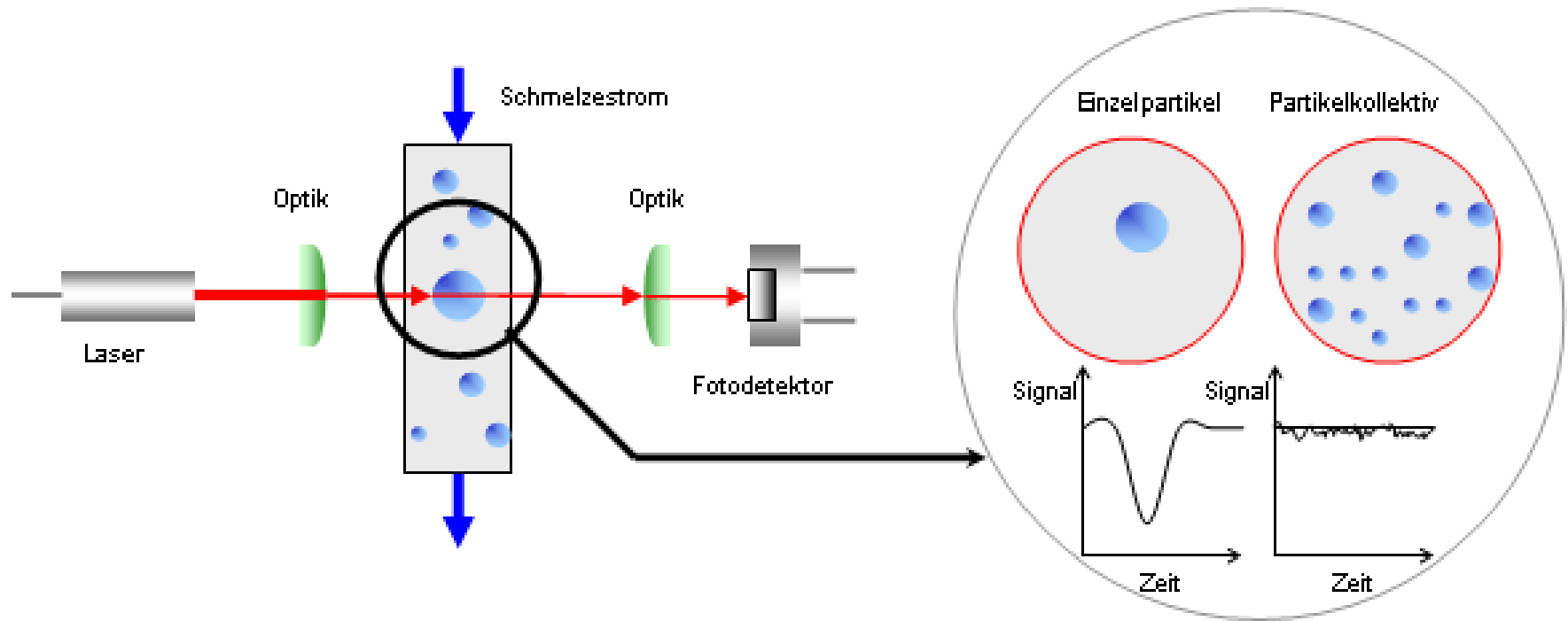
statisch (zeitgemittelt)



dynamisch (zeitaufgelöst)

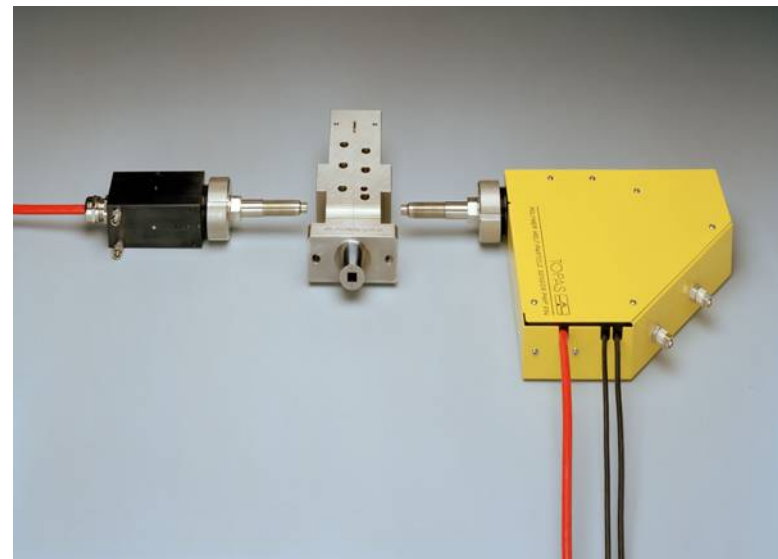
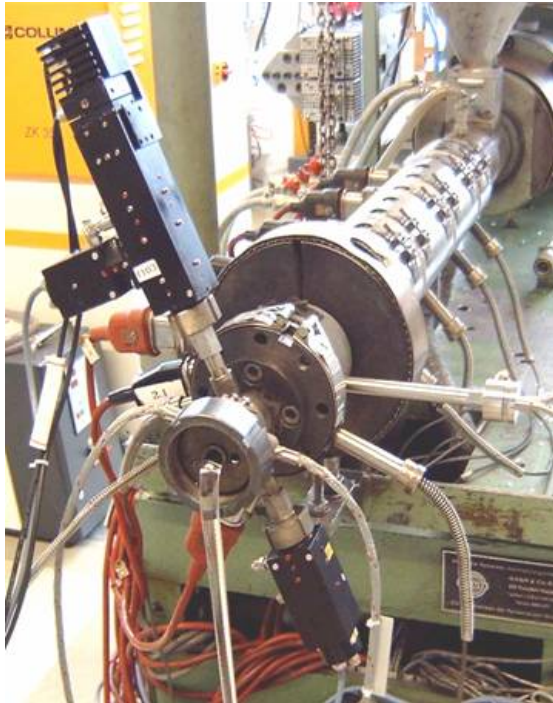


# Prozessmikrophotometer 694- Topas GmbH



Quelle: [www.topas-gmbh.de](http://www.topas-gmbh.de)

# Prozessmikrophotometer 694- Topas GmbH

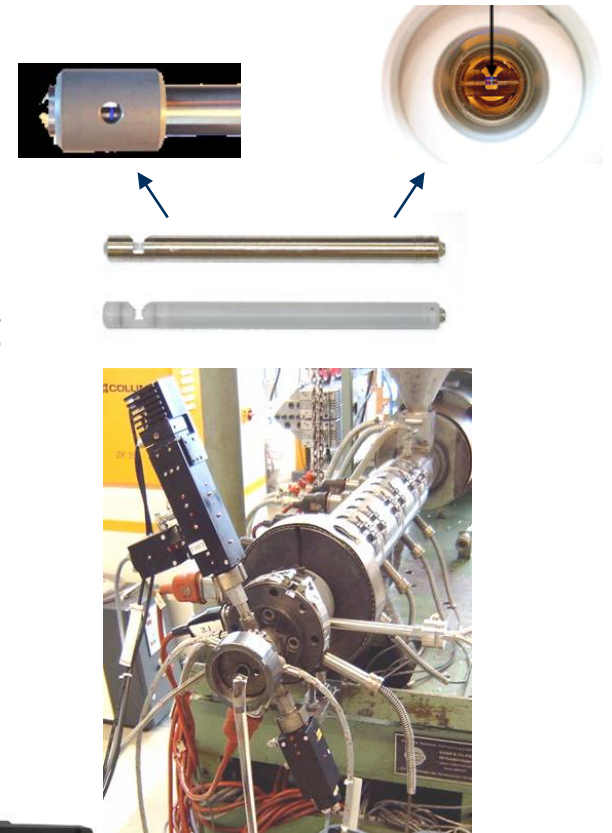


Sensorsystem mit Adapter für den Extruderausgang

Quelle: [www.topas-gmbh.de](http://www.topas-gmbh.de)

# Optische Prozesssensoren von der MVT Dresden

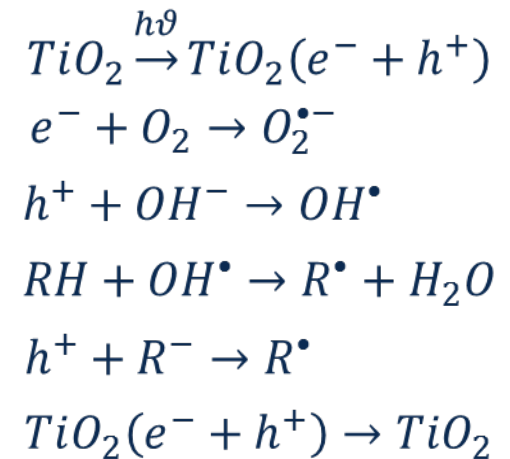
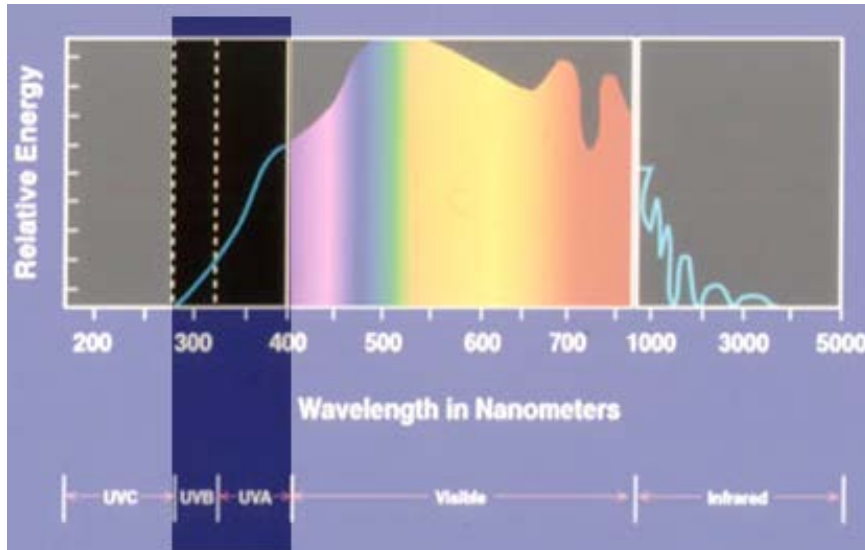
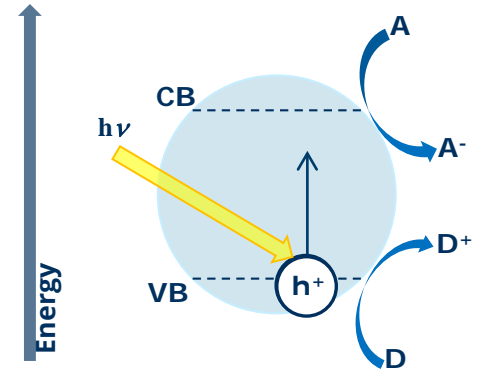
- In-line-Sensoren für Suspensionen
  - basierend auf dynam. und spektraler Extinktion (in Zusammenarbeit mit *Aello*)
  - basierend auf dynam. und spektraler Rückstreuung (in Zusammenarbeit mit *Aello*)
- On-line-Sensors für Polymerschmelzen
  - basierend auf dynam. Extinktion und Rückstreuung (in Zusammenarbeit mit *Topas*)
- Staubmonitor
  - basierend auf dynam. und spektraler Extinktion (in Zusammenarbeit mit *Saxon Junkalor*)



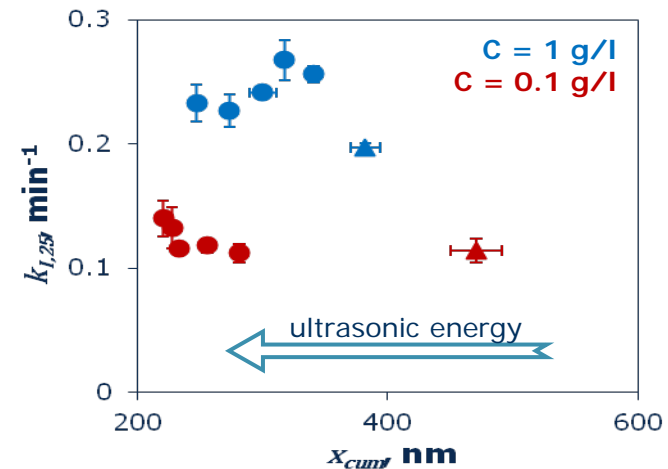
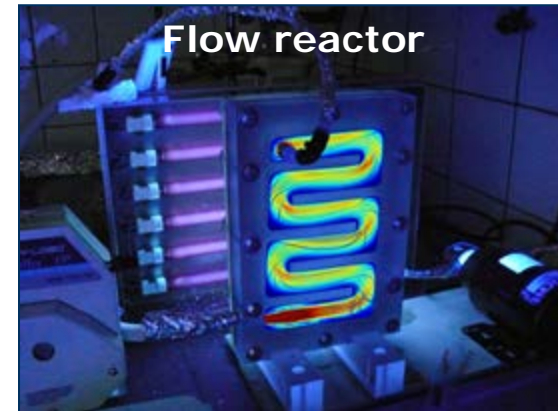
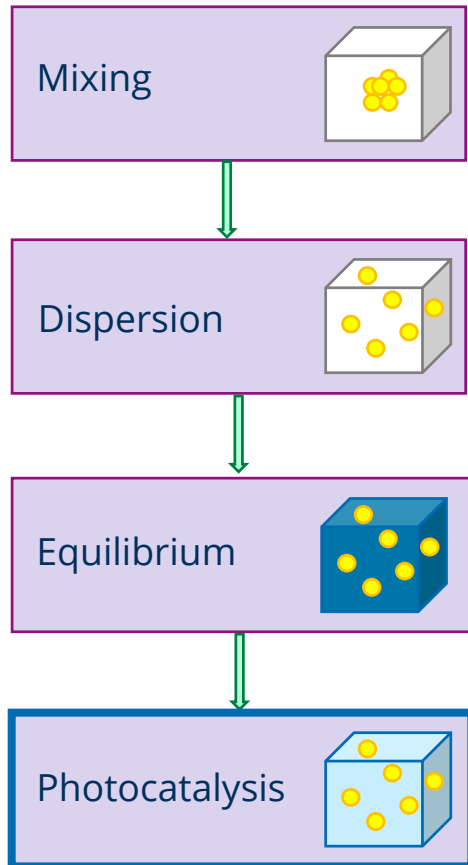
# 5. Umweltschutz/Arbeitssicherheit

## – Fokus: Neue Prozesse –

# Photokatalyse



# Neuartiger Versuchsreaktor zur Photokatalyse



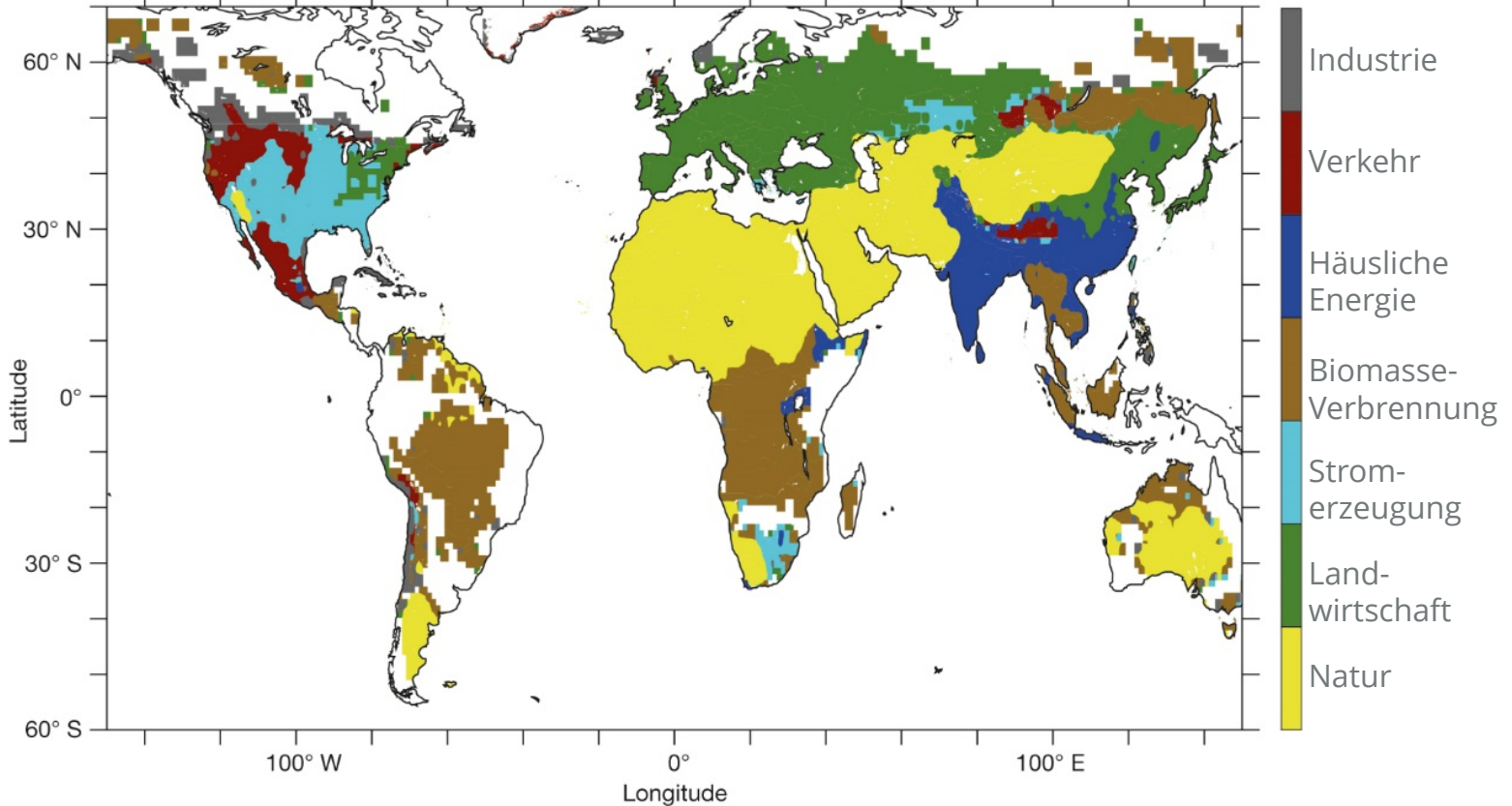
Reaktionsrate vs. Aggregatgröße

# 6. Umweltschutz/Arbeitssicherheit

## - Fokus: Partikelcharakterisierung -

# Sterblichkeitsrate infolge atmos. Luftverschmutzung

Lelieveld et al., *Nature*, 525, 367-371, 2015; doi:10.1038/nature15371



- Verschmutzung: mineral. & kohlenstoffhaltiger Feinstaub,  $\text{NO}_x$ ,  $\text{SO}_2$ ,  $\text{O}_3$
- partikuläre Verschmutzung relevant: auch am Arbeitsplatz und im Haushalt

# Messung von Umweltaerosolen



- Rußaggregate mit auf der Oberfläche adsorbierten Organika

# UFIPOLNET Project - Ultrafine Particle Monitor

- EU-Projekt “UFIPOLNET” – Entwicklung eines neuen Messgerätes für Umweltaerosol in Luftüberwachungssystemen
- Anforderungen:
  - einfache Integration in bestehende Monitoringsysteme
  - kontinuierliche Überwachung (24 h / 365 d)
  - geringe Kosten für Anschaffung und Unterhaltung
- Ergebnis:
  - Kommerzielles Messgerät (TSI)
  - Partikelgröße: 20 nm ... >200 nm, 6 Kanäle
  - Zeitauflösung: 15 min
  - Konzentration: 50 ... 106 particles/cm<sup>3</sup> at 200 nm
  - keine radioaktive Quelle
  - nachgewiesene Langzeitstabilität



# Staubung und Freisetzung von feinen Partikeln

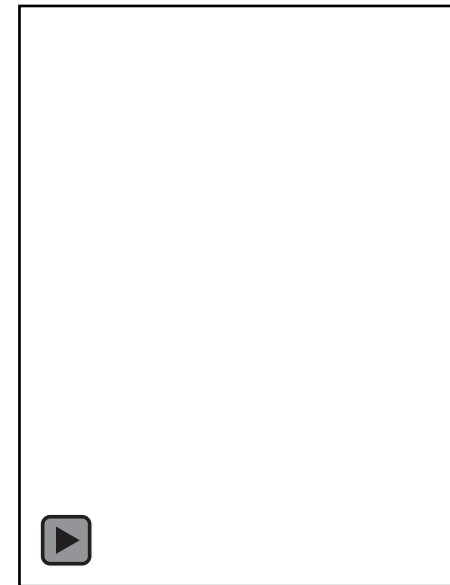
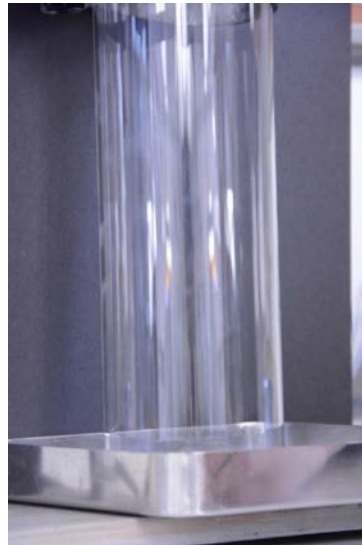
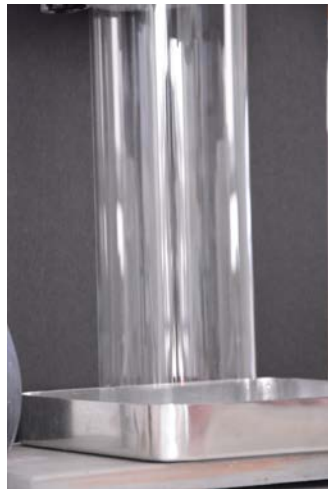
(Göhler & Stintz, *J. Phys.: Conf. Ser.*, 617:012029, 2015)

- “Staubung”sverhalten
  - beliebte Kenngröße für Pulver
  - Messgrößen, Messbedingungen & Pulverbeanspruchungen variieren
  - oft basierend auf Massenanteilen und dem aerodynamischen Äquivalentdurchmesser
- MVT Dresden:
  - *Staubungskennwert* aus Partikelgrößenverteilung
  - bei definierter schwacher Beanspruchung und moderater Partikelkonzentration
  - nicht-invasive Partikelgrößenanalyse
  - muss ergänzt werden um anzahlbasierte Quantifizierung freigesetzter Feinstaubpartikel
  - **generell**: reale Beanspruchungsszenarien müssen bei Freisetzungsanalyse abgebildet werden



# Quantitative Bewertung des Staubungsverhaltens von Pulvern

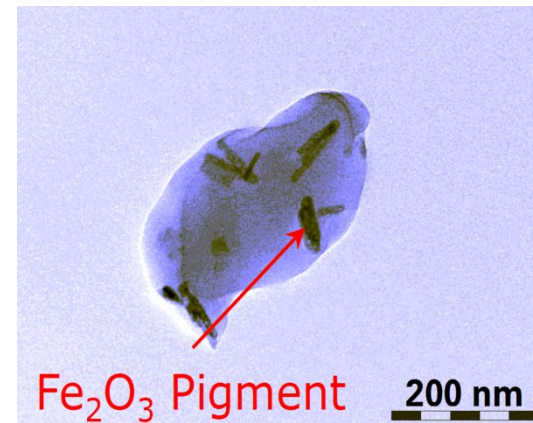
- Wie würden Sie vorgehen?



# Freisetzung von Nanopartikeln (bei Beanspruchung von Oberflächen)

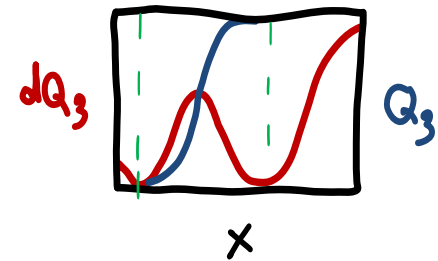
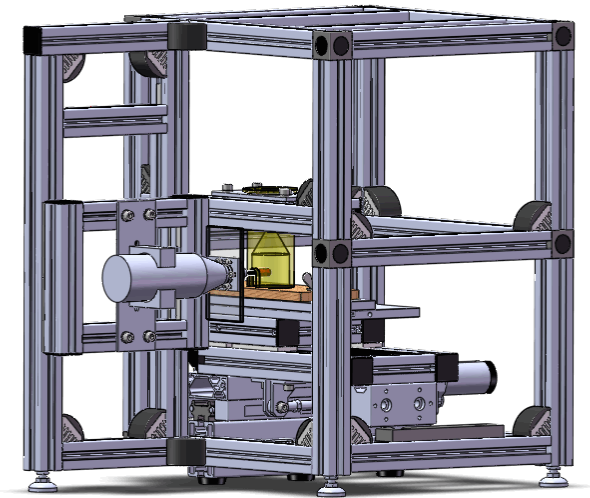


- Nanopartikel enthalten in
  - Autolacken
  - Anstrichfarben
  - Kompositwerkstoffen
- mögliche Freisetzung durch
  - Abrieb
  - Bohren, Fräsen, ...
  - Verwitterung der Matrix
- relevant weil
  - Gefährdung durch Nanopartikel noch nicht verstanden



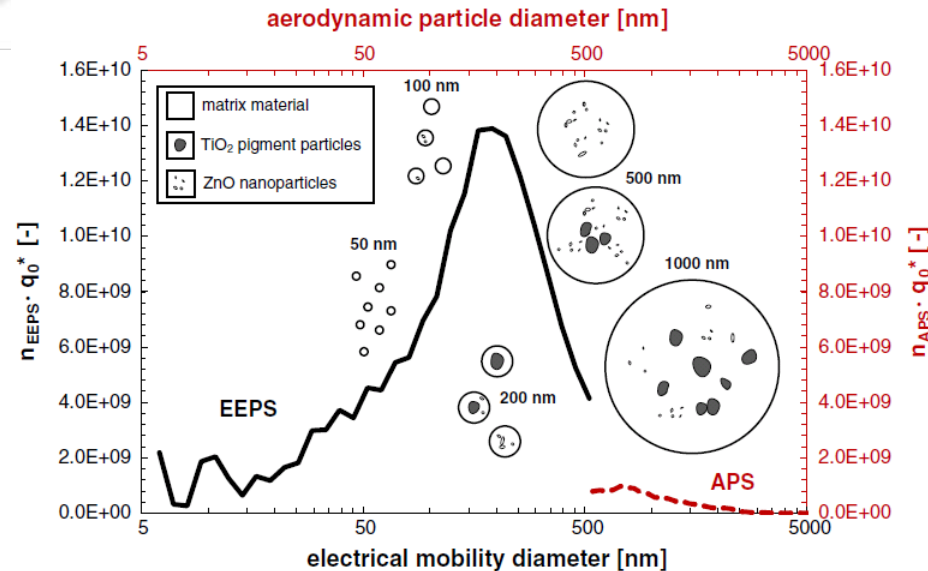
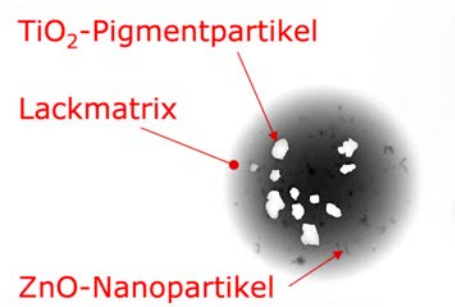
# Nachstellung von Beanspruchungsszenarien

- Versuchsaufbau:
  - Freisetzung + Aerosolmesstechnik



# Freisetzung von Partikeln beim Versprühen von Lacken

(Göhler & Stintz, *J. Nanopart. Res.*, 16:2520, 2014)



- Versprühen von Lacken mit nanopartikulären Additiven und Farbpigmenten
- Aerosolpartikel: Kompositpartikel aus Matrixmaterial und partikulären Zuschlägen

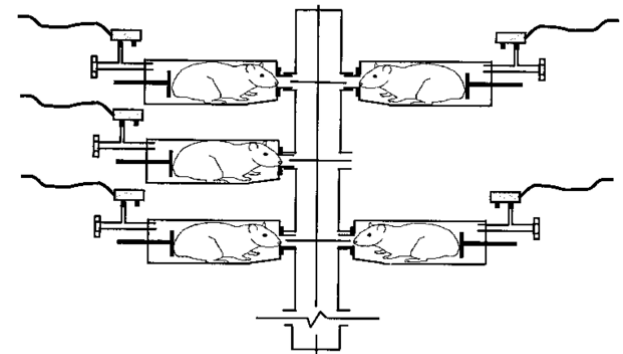
# 7. Verbraucherschutz/Medizinische Nutzung

## - Fokus: Stabile Prozessführung und -überwachung -

# Prüfung toxikologischer Eigenschaften im Tierversuch

## Inhalationsversuche von Stäuben

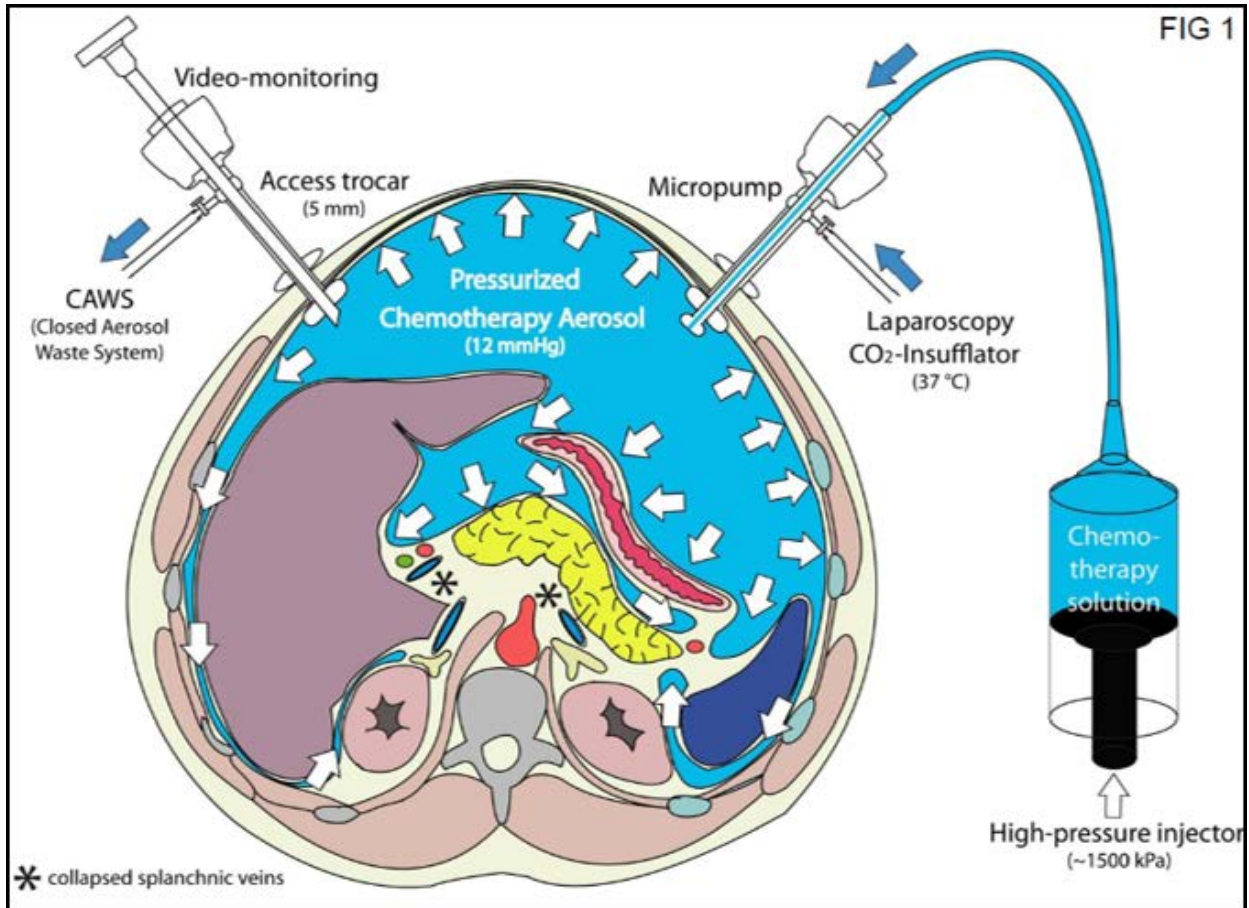
- Inhalationsversuche mit sedierten Nagetieren
  - Aerosolzufuhr bei akuter / chronischer Belastung
- mögliche Gefährdungen
  - reizend / entzündend / giftig
  - mutagen, kanzerogen, reprotoxisch
  - Störung des Hormonhaushaltes
  - bio-akkumulierend
- Anforderungen an den Versuch
  - stabile Aerosolzufuhr (bzgl. Konzentration & Größe)
  - Aerosolpartikel müssen repräsentativ für Anwendung sein
  - grobe Aerosolpartikel müssen entfernt werden
  - Konstanz des Aerosols muss überwacht werden



Inhalationsstation für Nagetiere  
Asgharian et al., *Toxikol. Sci.*, 71:104-111, 2003.

# Aerosolerzeugung für medizinische Anwendungen

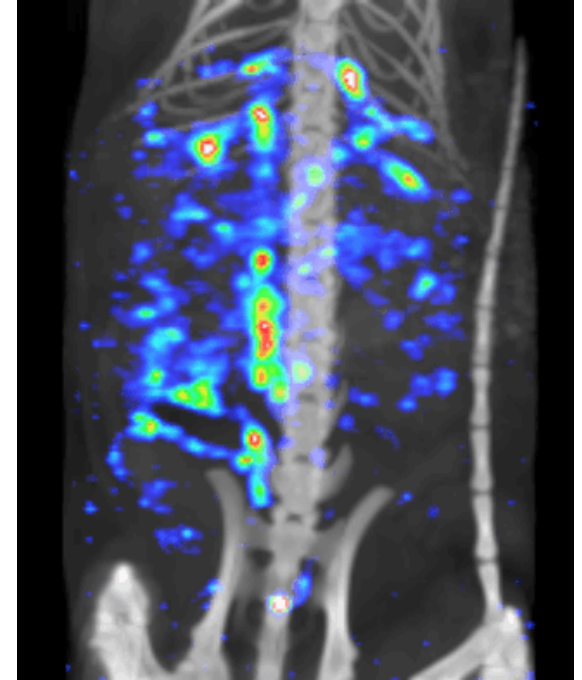
*pressurised intraperitoneal aerosol chemotherapy (PIPAC)*



Solass et al., *Ann. Surg. Oncol.*, 21:553-559, **2014**; doi:10.1245/s10434-013-3213-1

# Aerosolerzeugung für medizinische Anwendungen

*Entwicklung einer neuen Düse*

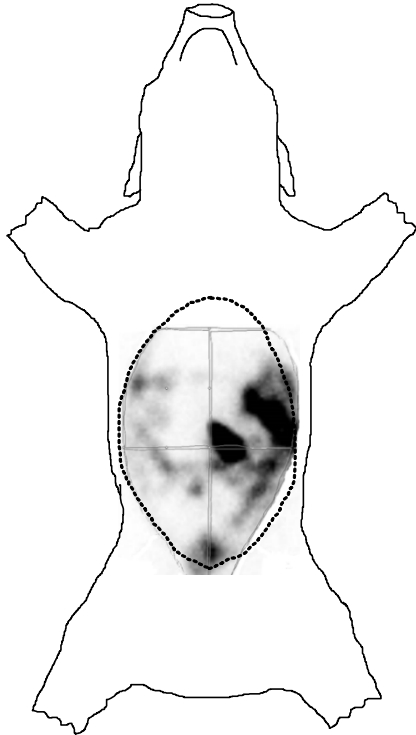


Kooperation mit Prof. Papst-Giger (Uniklinik Münster, FH Düsseldorf)

# Aerosolerzeugung für medizinische Anwendungen

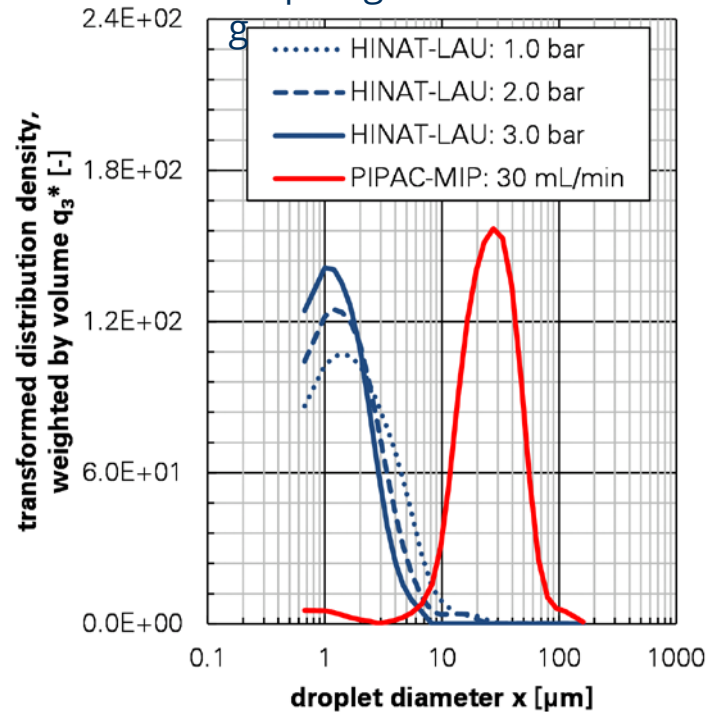
## Entwicklung einer neuen Düse

alte Sonde (PIPAC-MIP)

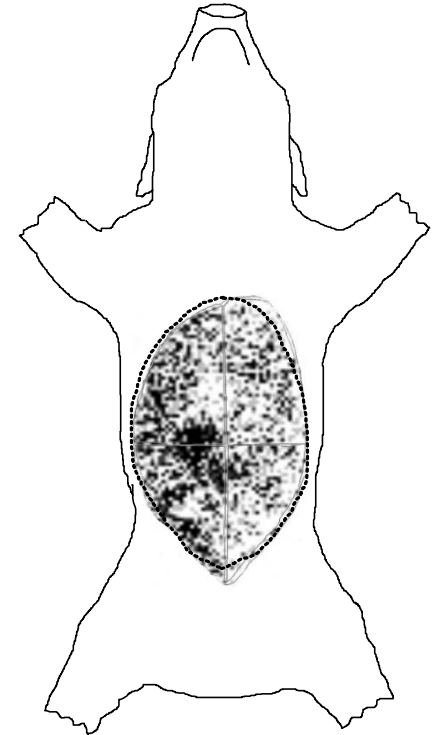


- rel. große Tropfen
- ungleichmäßige Benetzung

Tropfengrößenverteilung



neue Sonde (HINAT-LAU)

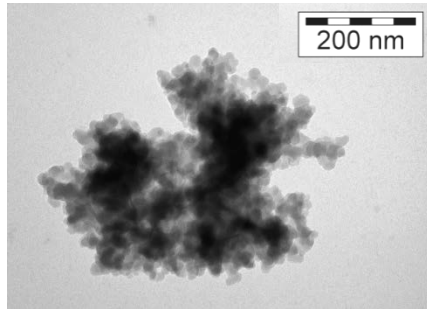


- rel. feine Tropfen
- homogene Benetzung

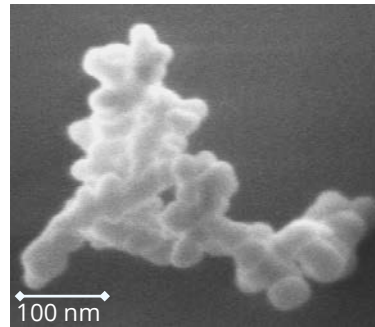
# 8. Partikelaggregate

## - Fokus: Physikalische Grundlagen -

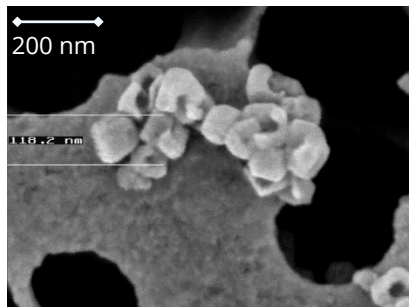
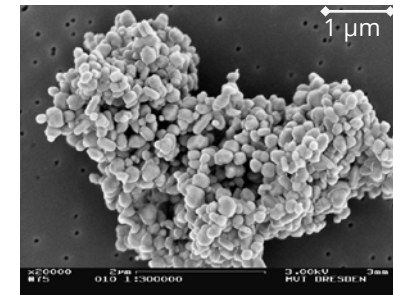
# Kolloidale Partikelaggregate



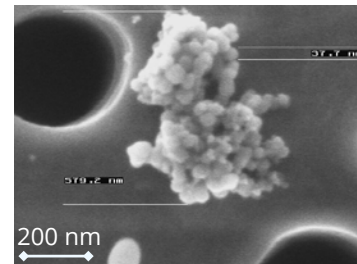
Fällungskieselsäure ( $\text{SiO}_2$ )



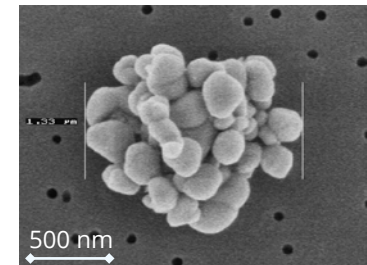
pyrogenes  $\text{SiO}_2$



gefälltes  $\text{CaCO}_3$

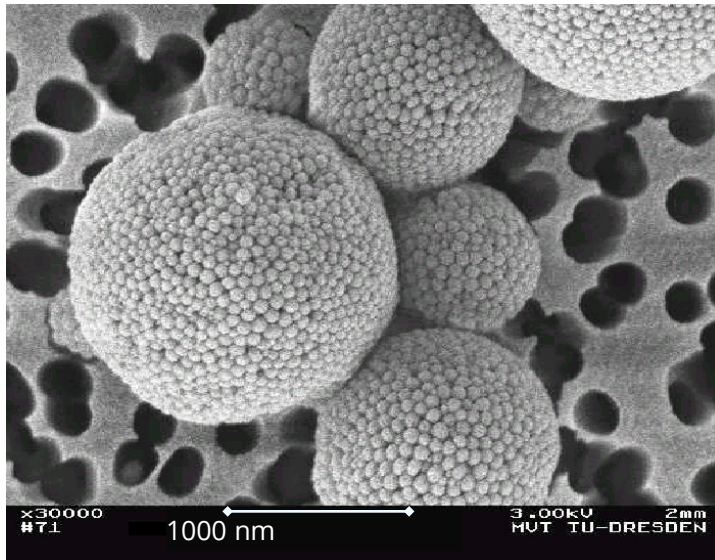


Dieselrußaggregat

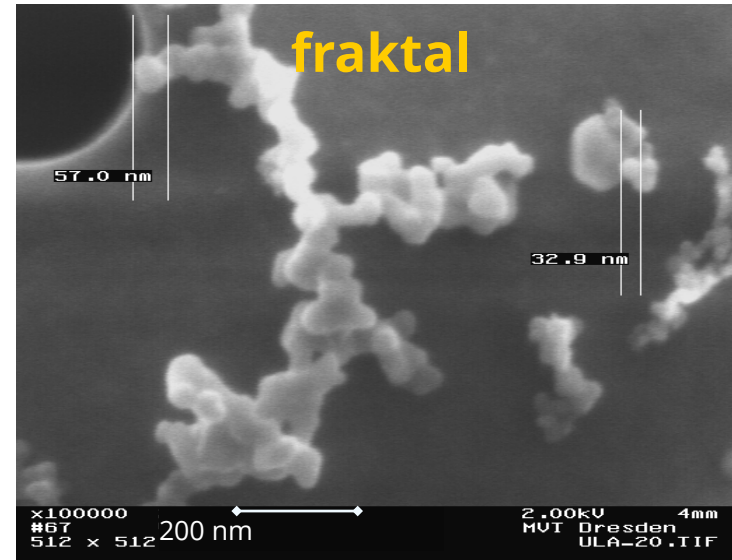


$\text{TiO}_2$  Pigmente

# Fraktale Partikelaggregate



dicht gepacktes Sprühagglomerat aus  $\text{SiO}_2$ -Kügelchen

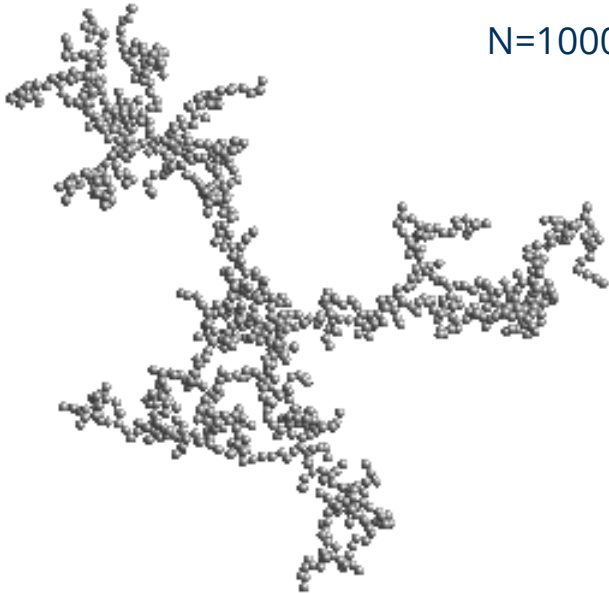


locker gepacktes Ruß-Aggregat eines Verbrennungsabgases

# Aggregationskinetik → Aggregatmorphologie

diffusionslimitiert  
(Haftwahrscheinlichkeit = 1)

N=1000



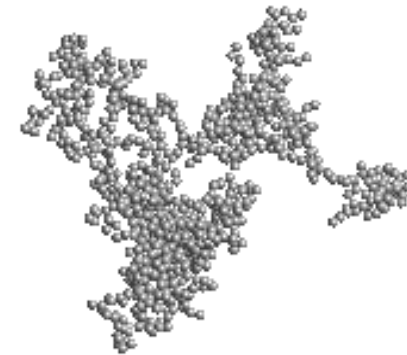
## DLCA:

diffusionslimitierte Aggregation von  
Subclustern & Partikeln  
kaum Abstoßung  
sehr poröse Aggregate ( $d_f = 1.8$ )

Meakin, *Phys. Rev. Lett.* 51 (1983)

reaktionslimitiert  
(Haftwahrscheinlichkeit → 0)

N=1000



## RLCA:

reaktionslimitierte Aggregation von  
Subclustern & Partikeln  
starke Abstoßung  
relativ dichte Aggregate ( $d_f = 2.1$ )

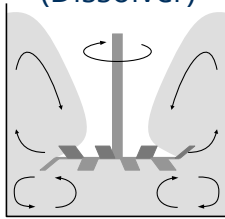
Jullien & Kolb, *J. Phys. A: Math. Gen.* 17(1984)

# 9. Partikelaggregate

## - Fokus: Dispergieren von Partikelsystemen -

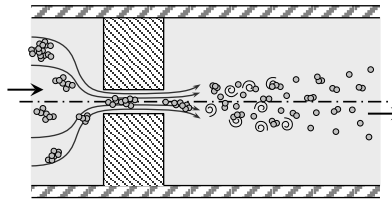
# Dispergiertechniken

## Scheibensysteme (Dissolver)



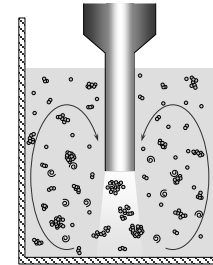
laminare Scherung in hochviskosen Medien

## Hochdrucksysteme (Düsen, Blenden, ...)



Dehnströmung in Düse, Turbulenz im Nachlauf (für Emulsionen)

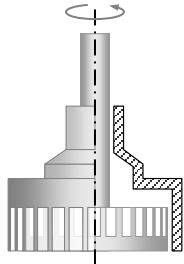
## Ultraschalldispersierer



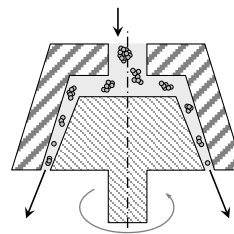
Dispergieren durch Kavitation (Emulsionen & Agglomerate)

## Rotor-Stator-Systeme

### a) Zahnkranzdispersierer

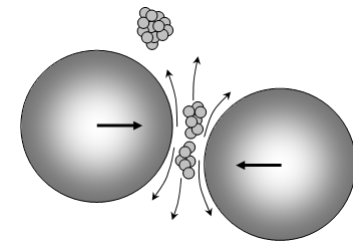


### b) Kolloidmühlen



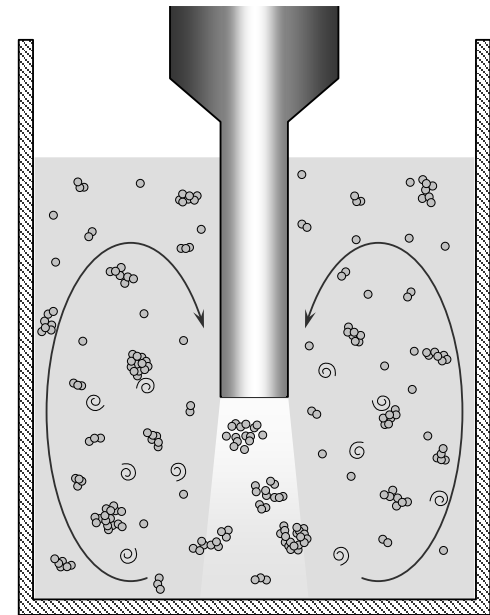
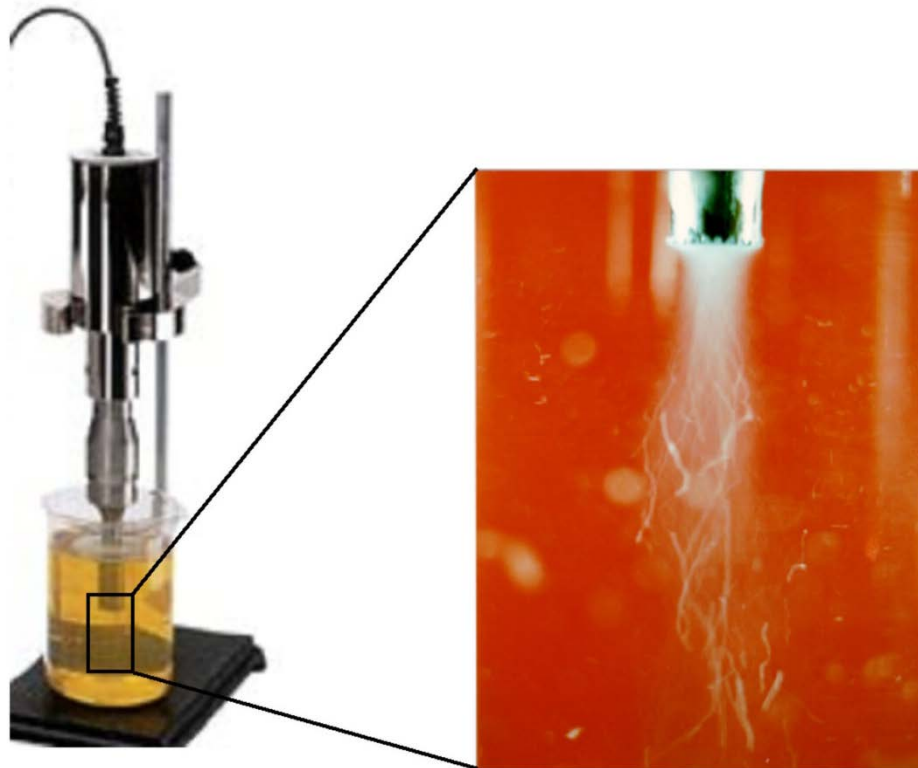
turbulente Strömung von meist niedrig viskosen Medien (Emulgieren & Desagglomerieren)

## Rührwerkskugelmöhlen

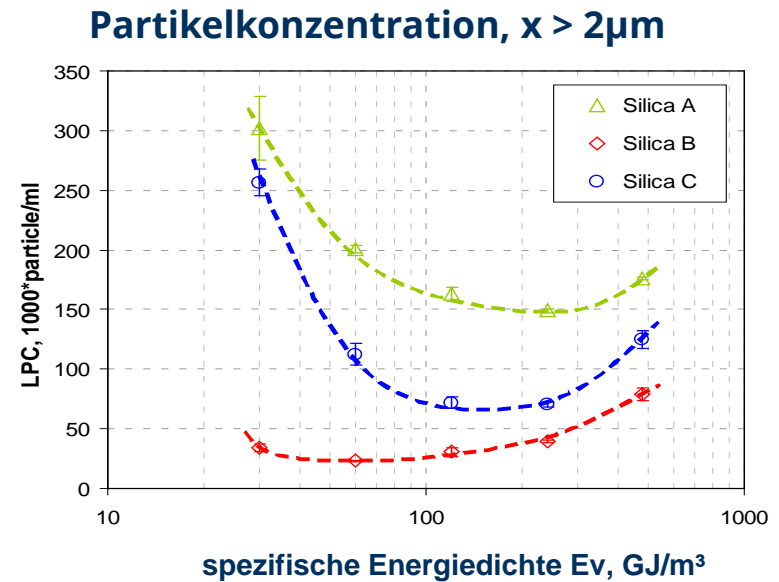
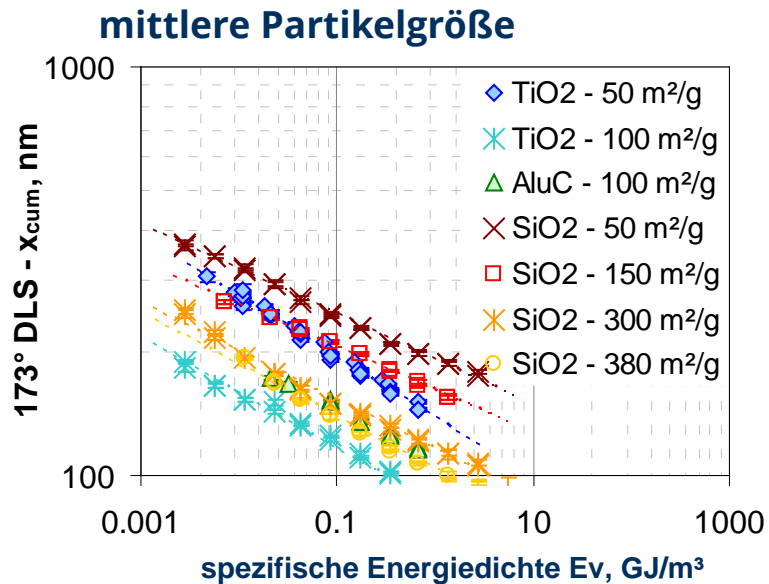


Dehnströmung zur Desagglomeration

# Ultraschall-Desintegrator



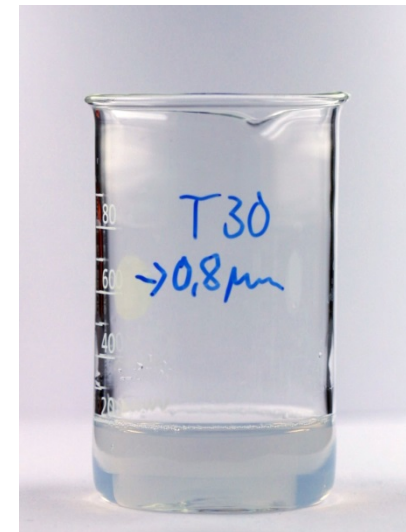
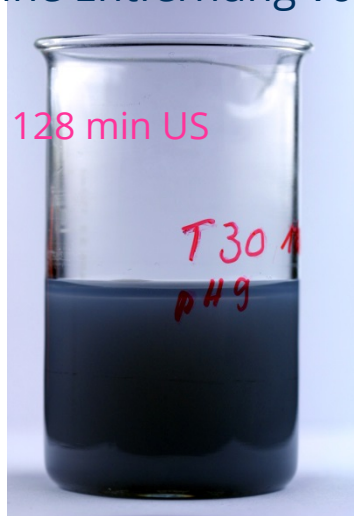
# Dispergierung von pyrogener Kieselsäure



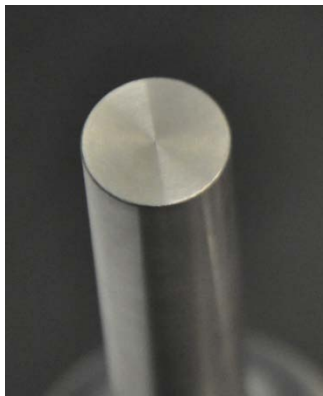
- US-Dispergierung ...
  - verringert mittlere Partikelgröße
  - erzeugt grobe Partikel

# (partielle) Entfernung des Abriebes

- z.B. durch Spritzenfilter
- Achtung:
  - Hydrophil/hydrophob
  - Abtrennung von nicht-dispergierten Agglomeraten?
  - Wahl der „cut-size“!
  - Kuchenfiltration bei hohen Partikelkonzentrationen
  - Keine Entfernung von feinen Abriebpartikeln!



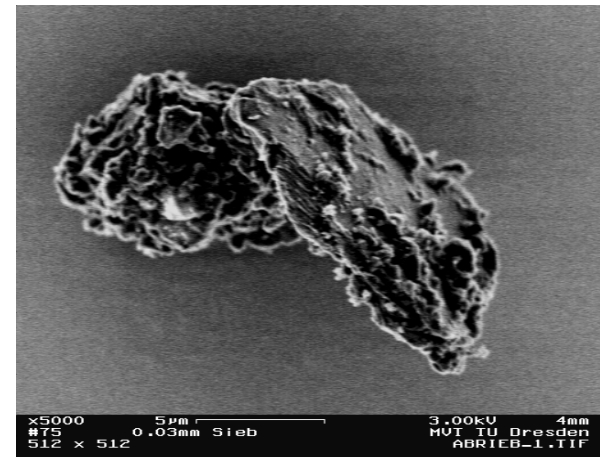
# Verbrauch der Sonotrode - Abrieb



unbenutzt



benutzt



Abrieb

# Auch das ist Mechanische Verfahrenstechnik:

