

Rodrigo Renato Retamal Marín

# Charakterisierung von Nanomaterialien in flüssigen dispersen Systemen

MOREMEDIA



Springer Vieweg

---

# Charakterisierung von Nanomaterialien in flüssigen dispersen Systemen

---

Rodrigo Renato Retamal Marín

# Charakterisierung von Nanomaterialien in flüssigen dispersen Systemen

Rodrigo Renato Retamal Marín  
Dresden, Deutschland

TECHNISCHE UNIVERSITÄT DRESDEN  
FAKULTÄT MASCHINENWESEN  
INSTITUT FÜR VERFAHRENSTECHNIK UND UMWELTTECHNIK  
Dissertation zur Erlangung des akademischen Grades Doktoringenieur (Dr.-Ing.)  
vorgelegt von  
Dipl.-Ing. Rodrigo Renato Retamal Marín  
geboren am 22. Juni 1985  
in Molina/Chile  
Tag der Einreichung: 25.06.2020  
Tag der Verteidigung: 24.08.2021  
Betreuer: PD Dr.-Ing. habil. Frank Babick  
Gutachter: Prof. Dr.-Ing. habil. Michael Stintz  
Prof. Dipl.-Ing. Dr. nat. techn. habil. Harald Rohm  
Prof. Dr.-Ing. Doris Segets  
Vorsitzender der Promotionskommission: Prof. Dr.-Ing. habil. Rüdiger Lange

ISBN 978-3-658-36648-3      ISBN 978-3-658-36649-0 (eBook)  
<https://doi.org/10.1007/978-3-658-36649-0>

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

© Der/die Herausgeber bzw. der/die Autor(en), exklusiv lizenziert durch Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH, ein Teil von Springer Nature 2022

Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung, die nicht ausdrücklich vom Urheberrechtsgesetz zugelassen ist, bedarf der vorherigen Zustimmung des Verlags. Das gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Bearbeitungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen und die Einspeicherung und Verarbeitung in elektronischen Systemen.

Die Wiedergabe von allgemein beschreibenden Bezeichnungen, Marken, Unternehmensnamen etc. in diesem Werk bedeutet nicht, dass diese frei durch jedermann benutzt werden dürfen. Die Berechtigung zur Benutzung unterliegt, auch ohne gesonderten Hinweis hierzu, den Regeln des Markenrechts. Die Rechte des jeweiligen Zeicheninhabers sind zu beachten.

Der Verlag, die Autoren und die Herausgeber gehen davon aus, dass die Angaben und Informationen in diesem Werk zum Zeitpunkt der Veröffentlichung vollständig und korrekt sind. Weder der Verlag noch die Autoren oder die Herausgeber übernehmen, ausdrücklich oder implizit, Gewähr für den Inhalt des Werkes, etwaige Fehler oder Äußerungen. Der Verlag bleibt im Hinblick auf geographische Zuordnungen und Gebietsbezeichnungen in veröffentlichten Karten und Institutionsadressen neutral.

Planung/Lektorat: Marta Schmidt

Springer Vieweg ist ein Imprint der eingetragenen Gesellschaft Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH und ist ein Teil von Springer Nature.

Die Anschrift der Gesellschaft ist: Abraham-Lincoln-Str. 46, 65189 Wiesbaden, Germany

*„Gott ist **Liebe**,  
und wer in der Liebe bleibt,  
der bleibt in Gott und Gott in ihm.  
Demzufolge muss man lieben, was Gott  
will,  
und wollen, was Gott liebt. Und  
**Gott** rettet uns.“*

---

# Vorwort

Die vorliegende Dissertationsarbeit entstand im Rahmen meiner Funktion als wissenschaftlicher Mitarbeiter in der Arbeitsgruppe Mechanische Verfahrenstechnik an der TUD sowie durch persönliches Interesse an der Nanopartikelmesstechnik. Ich hatte die Möglichkeit, an unterschiedlichen wissenschaftlichen Studien mitzuarbeiten und mehrere studentische Arbeiten (Forschungspraktika, große Belege sowie Diplomarbeiten) im Rahmen von Forschungsprojekten und eigenen Forschungsinitiativen zu betreuen. Meine Hauptmotivation war die Charakterisierung und Detektion von Nanomaterialien in flüssigen dispersen Systemen, wie Suspensionen und Emulsionen. In dieser Hinsicht sah ich die Notwendigkeit der Ausarbeitung einer prinzipiellen Methodologie für die Charakterisierung des Dispersitätszustands von Nanomaterialien bezüglich Vergleichbarkeit und Übertragbarkeit der Ergebnisse.

Prof. Dr.-Ing. habil. Michael Stintz und PD Dr.-Ing. habil. Frank Babick gilt mein offenherziger Dank, da sie mir im Rahmen meiner Dissertation und darüber hinaus mit ihren Erfahrungen und ihrer Expertise im Fach jederzeit zur Seite standen. Nicht unerwähnt bleiben Dipl.-Ing. Petra Fiala, Dipl.-Ing. Daniel Göhler, Dr.-Ing. Benno Wessely, Dr.-Ing. Lars Hillemann, Physiklaborant Andre Kupka und Dr.-Ing. Gonzalo Salinas Salas (Universidad de Talca, Chile), auf deren fachliche Hinweise und konstruktive Kritik ich zählen konnte.

Zudem gebührt auch Prof. Dr.-Ing. Doris Segets vom Institut für Verbrennung und Gasdynamik – Reaktive Fluide, der Universität Duisburg-Essen, und Prof. Dipl.-Ing. Dr. nat. techn. habil. Harald Rohm vom Institut für Naturstofftechnik der TU Dresden mein herzlicher Dank für die Bereitschaft, meine Dissertation zu begutachten, sowie insbesondere für die Zeit und Energie, die sie dafür aufgewendet haben.

Bedanken möchte ich mich an dieser Stelle auch für die Gewährung des Sächsischen Landesstipendiums, welches eine große Unterstützung zu Beginn meines Promotionsvorhabens darstellte.

Weiterhin möchte ich meinen Eltern Margarita Marín Contreras und Juan Retamal Negrete (*gracias viejos, que desde pequeño me apoyaron y creyeron en mis sueños y anhelos*), meinen Schwiegereltern, sowie allen Freunden danken, die mir während der Dissertation zur Seite gestanden und mir gut zugesprochen haben.

Ein besonderer Dank geht an meine Frau Maria Herrmann – die mir mit Zuversicht, Geduld und Kraft half, die Dissertation ans Ziel zu führen, sowie an meine Kinder Lotta Maria und Lucio Mateo Retamal Herrmann – die mich stets daran erinnerten, wofür ich diese Arbeit schreibe. *Por siempre como familia.*

Ich wünsche viel Freude beim Lesen dieser Arbeit!

Dresden  
25.06.2020

Rodrigo Renato Retamal Marín

---

# Charakterisierung von Nanomaterialien in flüssigen dispersen Systemen

Häufig liegen natürliche und technische partikuläre Nanomaterialien (NM) in Formulierungen (i.d.R. Suspensionen, Emulsionen oder Suspoemulsionen) und Produkten vor, welche aus mehreren dispersen Phasen und komplexen Dispersionsmedien bestehen. Dabei gilt es spezifische Grenzflächeneigenschaften der Partikel, ihre Wechselwirkungen untereinander und mit dem Dispersionsmedium zu berücksichtigen. Beispielsweise bestimmen die Grenzflächeneigenschaften, ob sich die Partikel eher in wässriger Phase oder in Lipidphase bzw. an deren Phasengrenzen anordnen. Die Grenzflächeneigenschaften werden maßgeblich durch die Adsorption gelöster Spezies beeinflusst, hängen also von der Zusammensetzung des Dispersionsmediums ab. Das stellt die Charakterisierung dieser Nanopartikelsysteme vor große Herausforderungen und erfordert adäquate Präparationsmethoden.

Die Nanopartikelmesstechnik erstrebt ein tiefes physikalisch-chemisches Verständnis des Dispersitätszustands von Nanopartikelsystemen. Da der Dispersitätszustand von Nanopartikelsystemen bei einer Applikation meistens nicht mit dessen ursprünglichem Herstellungsprozess übereinstimmt, hat die Formulierung von neuen oder verbesserten Produkteigenschaften eine entscheidende Bedeutung. Die Nanopartikelcharakterisierung in komplexen Formulierungen verlangt eine adäquate Probenpräparation, welche auf einer existierenden oder noch zu entwickelnden Standardvorgehensweise (engl. *Standard Operating Procedure*, SOP) basiert. Zur Struktur der SOPs gehören die Dispergiervorschriften, die von wesentlicher Bedeutung sind, um reproduzierbare Ergebnisse der Nanopartikelmesstechnik zu gewährleisten und somit deren weltweite Vergleich- und Übertragbarkeit sicherzustellen. Es wird darauf abgezielt, relevante NM unter Kenntnis der genannten Zusammenhänge abzutrennen und zu vereinzeln.

Diese Arbeit konzentriert sich auf die Detektion und Charakterisierung des Dispersitätszustands von technischen Nanopartikelsystemen (z. B.  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) in flüssigen dispersen Systemen. Diese nano-strukturierten Materialien liegen beim Einbringen eines Pulvers in flüssigen Phasen meist aggregiert und agglomeriert vor. Im Regelfall sollen die Partikelaggregate/-agglomerate zerstört werden, z. B. weil eine geringe mittlere Agglomeratgröße für den gewünschten makroskopischen Effekt (hydrodynamisch, optisch) am günstigsten ist, oder weil möglichst die gesamte Oberfläche der nanoskaligen Primärpartikel zugänglich sein soll (z. B. für Stoffaustausch). Andererseits ist eine vollständige Zerteilung der Agglomerate in Primärpartikel oft nicht wünschenswert, insbesondere wenn dadurch isolierte, mobile oder anthropogene Nanopartikel in die Umwelt gelangen könnten. Deshalb bedarf es zuverlässiger Methoden zur Charakterisierung des Dispergierfortschritts. Da die NM in der Realität (industrielle Praxis) in komplexen dispersen Systemen oder Formulierungen vorliegen, müssen NM beispielsweise in kosmetischen Formulierungen oder Körperflüssigkeiten untersucht werden. Das bedeutet, es muss auf Dispergiervorschriften, Trennung der verschiedenen dispersen Phasen, Stabilitätsverhalten aufgrund von Partikelwechselwirkung, sowie auf die undefinierten, variablen Hintergrundkonzentrationen von Ionen und organischen Molekülen (Kohlenhydrate, Proteine, Emulgatoren) in dispersen Systemen geachtet werden. In dieser Arbeit werde mit empirischer Forschung und methodischer Vorgehensweise neue Beiträge zur Nanopartikelcharakterisierung erarbeitet. Die notwendige Ausarbeitung von Richtlinien an SOPs für die Charakterisierung von Nanopartikelsystemen wird hierbei berücksichtigt. Diese Richtlinien ermöglichen eine Anwendung im Kontext verschiedenartiger Analyseaufgaben, und die Ergebnisse können dem Leser dieser Arbeit unmittelbar Nutzen bringen.

---

## Characterization of Nanomaterials in Liquid Disperse Systems

Natural and technical particulate nanomaterials (NM) are often present in formulations and products consisting of several disperse phases and complex dispersion media. Specific interfacial properties of the particles, their interactions with each other and with the dispersion medium, have to be considered. For example, the interfacial properties determine whether the particles tend to be arranged in aqueous or lipid phases or at their phase boundaries (usually suspension, emulsion and suspoemulsion). The interfacial properties are significantly influenced by the adsorption of dissolved species, i.e. they depend on the composition of the dispersion medium. This poses great challenges for the characterization of these nanoparticle systems and requires adequate preparation methods.

Nanoparticle measurement techniques aim at a deep physical-chemical understanding of the dispersity state of nanoparticle systems. Since the dispersity state of nanoparticle systems in an application usually does not correspond to their original manufacturing process, the formulation of new or improved product properties is of decisive importance. The characterization of nanoparticles in complex formulations requires an adequate sample preparation based on an existing or yet to be developed Standard Operating Procedure (SOP). The structure of the SOPs includes the dispersing regulations, which are of essential importance for comparing reproducible results of nanoparticle measurement with respect to comparability and transferability worldwide. The aim is to separate and isolate relevant NM with knowledge of the aforementioned interrelationships.

This work concentrates on the detection and characterization of the dispersibility state of technical nanoparticle systems (e.g.,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) in liquid disperse systems. These nano-structured materials are mostly aggregated and agglomerated when a powder is introduced into liquid phases. As a rule, the particle aggregates/agglomerates should be destroyed, e.g., because a small average

agglomerate size is most favourable for the desired macroscopic effect (hydrodynamic, optical), or because the entire surface of the nanoscale primary particles should be accessible (e.g., for mass transfer). Then again, a complete separation of the agglomerates into primary particles is not desirable, especially if isolated, mobile or anthropogenic nanoparticles could enter the environment. Therefore, reliable methods for characterizing the dispersion progress are required. Since the investigations of NM in reality (industrial practice) – different from those in the laboratory – are carried out in complex disperse systems or formulations, NM must be investigated for example in cosmetic formulations or body fluids. This means that attention must be paid to dispersion regulations, separation of the different disperse phases, stability behaviour due to particle interaction, as well as the undefined, variable background concentrations of ions and organic molecules (carbohydrates, proteins, emulsifiers) in disperse systems. New contributions to nanoparticle characterization will be developed through empirical research and methodological approaches. The necessary elaboration of guidelines for SOPs for the characterization of nanoparticle measurement systems will be considered. These guidelines allow their application in the context of different analytical tasks and the reader can directly benefit from the results.

---

# Inhaltsverzeichnis

|          |                                                                                    |          |
|----------|------------------------------------------------------------------------------------|----------|
| <b>1</b> | <b>Einleitung und Einordnung</b>                                                   | <b>1</b> |
| 1.1      | Dispersitätszustand von Nanomaterialien                                            | 2        |
| 1.2      | Ziel der Arbeit                                                                    | 3        |
| 1.3      | Analyseaufgaben                                                                    | 5        |
| <b>2</b> | <b>Stand der Technik und des Wissens</b>                                           | <b>9</b> |
| 2.1      | Charakterisierung von flüssigen Nanopartikelsystemen<br>in der Partikelmesstechnik | 9        |
| 2.1.1    | Einordnung von Kernbegriffen der<br>Nanopartikelmesstechnik                        | 9        |
| 2.1.2    | Formulierungstypen von Nanopartikelsystemen<br>in flüssigen Phasen                 | 12       |
| 2.1.3    | Regulatorische Bewertung von Nanomaterialien                                       | 13       |
| 2.1.4    | Herausforderungen und Inhalt der Charakterisierung                                 | 14       |
| 2.2      | Elektrochemische Doppelschicht – EDS                                               | 16       |
| 2.2.1    | Elektrochemische Doppelschicht – Modell                                            | 17       |
| 2.2.2    | Stabilität von flüssigen dispersen Systemen                                        | 23       |
| 2.2.3    | Theorie von Löslichkeitsparametern                                                 | 25       |
| 2.2.4    | Benetzbarkeit von Nanopartikeln                                                    | 28       |
| 2.3      | Emulgierv Verfahren mit enthaltenen Nanomaterialien                                | 31       |
| 2.3.1    | Herstellung von Emulsionen mit enthaltenen<br>Nanomaterialien                      | 31       |
| 2.3.2    | Stabilisierungs- und Destabilisierungsmechanismen<br>von Emulsionen                | 33       |
| 2.3.3    | Dispergier-(Emulgier)verfahren von<br>Suspensions- und Emulsionen                  | 38       |

|          |                                                                                            |           |
|----------|--------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 2.4      | Theorie zur Charakteristik der Dispergiervverfahren .....                                  | 39        |
| 2.4.1    | Mechanische Dispergiermethoden .....                                                       | 39        |
| 2.4.2    | Einsatz des volumenbezogenen<br>Energiedichtekonzepts .....                                | 46        |
| 2.4.3    | Energiedichtekonzept in der<br>Nanopartikelmesstechnik- und Forschung .....                | 51        |
| <b>3</b> | <b>Grundzüge der Charakterisierung von flüssigen<br/>Nanopartikelsystemen .....</b>        | <b>57</b> |
| 3.1      | Analyse von flüssigen Nanopartikelsystemen .....                                           | 57        |
| 3.1.1    | Ziele, Grundzüge und Hindernisse .....                                                     | 57        |
| 3.1.2    | Entwicklung und Anwendung von<br>Standardvorgehensweisen .....                             | 60        |
| 3.1.3    | Granulometrische Methoden der<br>Nanopartikelmesstechnik .....                             | 61        |
| 3.2      | Möglichkeiten zur Darstellung von Verteilungsfunktionen .....                              | 64        |
| 3.2.1    | Normierte Verteilungsfunktionen .....                                                      | 64        |
| 3.2.2    | Nicht-normierte Verteilungsfunktionen .....                                                | 65        |
| 3.2.3    | Transformierte Dichtefunktion .....                                                        | 68        |
| 3.2.4    | Gesamt- und Komponentenbilanz der Verteilung .....                                         | 69        |
| <b>4</b> | <b>Materialien und Methoden .....</b>                                                      | <b>73</b> |
| 4.1      | Pulverförmige Partikelsysteme und deren allgemeine<br>Eigenschaften .....                  | 73        |
| 4.1.1    | Synthetische Amorphe Siliziumdioxide (SAS) –<br>SiO <sub>2</sub> .....                     | 73        |
| 4.1.2    | Pyrogene nanostrukturierte Oxide – TiO <sub>2</sub> und Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ... | 75        |
| 4.2      | Instrumente zur Charakterisierung der Partikelgröße .....                                  | 77        |
| 4.2.1    | Laserbeugungsspektroskopie – LB .....                                                      | 77        |
| 4.2.2    | Dynamische Lichtstreuung – DLS .....                                                       | 79        |
| 4.2.3    | Dynamische Ultramikroskopie – DUM .....                                                    | 81        |
| 4.3      | Instrumente für Extinktionsmessungen .....                                                 | 83        |
| 4.3.1    | Analytische Photozentrifuge .....                                                          | 83        |
| 4.4      | Instrumente zur Bestimmung des elektrokinetischen<br>Potenzials .....                      | 85        |
| 4.4.1    | Akustophoretische Mobilität .....                                                          | 85        |
| 4.4.2    | Elektrophoretische Mobilität .....                                                         | 87        |

|          |                                                                                   |     |
|----------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----|
| <b>5</b> | <b>Wissensgenerierende Experimente</b>                                            | 91  |
| 5.1      | Reproduzierbares Dispergieren mit definiertem Energieeintrag                      | 92  |
| 5.1.1    | Dispergiertechniken in der Praxis                                                 | 92  |
| 5.1.2    | Kalibriervorschrift von mechanischen Dispergiermethoden                           | 95  |
| 5.1.3    | Validierung des mechanischen Dispergierens – Praxistest                           | 109 |
| 5.1.4    | Probenkontamination beim Dispergieren                                             | 119 |
| 5.1.5    | Diskussion der Ergebnisse zum Dispergieren                                        | 146 |
| 5.2      | Elektrokinetische Eigenschaften und Stabilitätsverhalten von Nanopartikelsystemen | 148 |
| 5.2.1    | Erhaltung des Dispersitäts- und Grenzflächenzustands der Suspension               | 148 |
| 5.2.2    | Vergleichbarkeit von Zetapotenzialmethoden                                        | 149 |
| 5.2.3    | Von fraktalartigen Aggregaten zu kugelförmigen SiO <sub>2</sub> -Partikeln        | 153 |
| 5.2.4    | Messung des Zetapotenzials von unterschiedlichen Silica-Typen                     | 157 |
| 5.2.5    | Diskussion der Ergebnisse und Konsequenzen für SOPs                               | 159 |
| 5.3      | Extraktion von Nanomaterialien aus kosmetischen Formulierungen                    | 160 |
| 5.3.1    | Vorgehen zur Entwicklung von Extraktionsmethoden                                  | 160 |
| 5.3.2    | Erforschung des Emulgiervfahrens mit enthaltenen Nanomaterialien                  | 169 |
| 5.3.3    | Diskussion der Ergebnisse und Konsequenzen für SOPs                               | 176 |
| <b>6</b> | <b>Demonstrationsexperimente</b>                                                  | 179 |
| 6.1      | Belastungsabhängiger Dispersitätszustand von Nanomaterialien                      | 180 |
| 6.1.1    | Einfluss auf die gemessene Partikelgrößenverteilung von SAS                       | 181 |
| 6.1.2    | Dispergiereffektivität direkter Dispergiermethoden                                | 183 |
| 6.1.3    | Diskussion zur Dispergiereffektivität von nanostrukturierten Oxiden               | 186 |

---

|       |                                                                              |     |
|-------|------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 6.2   | Dispersitätszustand von Nanomaterialien in physiologischen Medien .....      | 187 |
| 6.2.1 | Nanomaterialien in simulierter Lungenflüssigkeit .....                       | 188 |
| 6.2.2 | Nanomaterialien in simulierter gastrointestinaler Passage .....              | 193 |
| 6.2.3 | Diskussion .....                                                             | 200 |
| 6.3   | Berücksichtigung der absoluten Signalstärke von optischen Messmethoden ..... | 201 |
| 6.3.1 | Komponentenbilanz der Verteilung und Möglichkeiten zur Darstellung .....     | 202 |
| 6.3.2 | Granulometrische Datenanalyse von komplexen Nanopartikelsystemen .....       | 207 |
| 6.3.3 | Diskussion zur Charakterisierung von komplexen Nanopartikelsystemen .....    | 210 |
| 7     | <b>Fazit und Diskussion</b> .....                                            | 213 |
| 7.1   | Zusammenfassung der Ergebnisse .....                                         | 214 |
| 7.2   | Diskussion .....                                                             | 217 |
| 7.3   | Ausblick .....                                                               | 222 |
| 7.4   | Fazit .....                                                                  | 223 |
|       | <b>Literaturverzeichnis</b> .....                                            | 227 |

---

# Symbolverzeichnis

---

## Lateinische Buchstaben

|                  |                                                                                                 |
|------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|
| A                | Fläche $\text{m}^2$                                                                             |
| A                | Schwingungsamplitude $\mu\text{m}$                                                              |
| $a_M$            | molekularer Flächenbedarf $\text{m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$                                    |
| $A_H$            | Hamaker-Van-der-Waals-Konstante J                                                               |
| $A_V$            | volumenspezifischer Extinktionsquerschnitt $\text{m}^{-1}$                                      |
| a                | Abstand der Oberflächen zweier Partikel m                                                       |
| a                | Temperaturleitfähigkeit $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$                                        |
| C                | Anpassungsparameter des Energiedichtekonzepts $\text{m} \cdot \text{ml J}^{-1}$                 |
| CVI              | Kolloidvibrationsstrom (engl. <i>Colloid Vibration Current</i> ) $\text{A} \cdot \text{m}^{-2}$ |
| c                | kohäsive Energiedichte $\text{MPa}^{1/2}$                                                       |
| $c_p$            | spezifische Wärmekapazität $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$                  |
| c                | Schallgeschwindigkeit $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$                                            |
| $c_{\text{Ext}}$ | extinktionsbewertende Konzentration $1 \cdot \text{m}^{-4}$                                     |
| $c_m$            | Massekonzentration der Partikel $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$                                 |
| $c_{n,i}$        | Stoffmengenkonzentration der Ionensorte $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$                        |
| $c_N$            | Anzahlkonzentration $\text{m}^{-3}$                                                             |
| $c_n$            | molare Konzentration $\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$                                           |
| $c_{\text{EM}}$  | Emulgatorkonzentration $\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$                                         |
| D                | Durchlasskoeffizient –                                                                          |
| Du               | Dukhin-Zahl –                                                                                   |
| $D_p$            | Partikeldiffusionskoeffizient $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$                                  |
| $D_{\text{eff}}$ | effektiver Diffusionskoeffizient des Elektrolyten $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$              |
| d                | Durchmesser m                                                                                   |

|             |                                                                            |
|-------------|----------------------------------------------------------------------------|
| E           | Extinktion –                                                               |
| E           | Energie J                                                                  |
| $E_{V,el}$  | elektrische Energiedichte $J \cdot ml^{-1}$                                |
| $E_{V,kal}$ | volumenspezifische kalorimetrische Energieeintragsdichte $J \cdot ml^{-1}$ |
| f           | Frequenz Hz                                                                |
| f           | Brennweite -bzw. Ebenen der eingesetzten Linse m                           |
| $F_A$       | Auftriebskraft N                                                           |
| $F_g$       | Gravitationskraft N                                                        |
| $F_I$       | Trägheitskraft N                                                           |
| $F_T$       | Partikelwechselwirkungskraft N                                             |
| $F_W$       | Widerstandskraft N                                                         |
| $F_Z$       | Beschleunigungskraft oder Zentrifugalkraft N                               |
| G           | Gibbs-Energie J                                                            |
| h           | Abstand zwischen den Oberflächen zweier Partikel m                         |
| $h_{Sed}$   | Sedimentationsabstand m                                                    |
| $H_m$       | molare Verdampfungsenthalpie $J \cdot mol^{-1}$                            |
| $I_o$       | Lichtintensität am partikelfreien Überstand $W \cdot m^{-2}$               |
| $I_n$       | Lichtintensität an der partikelhaltigen Probe $W \cdot m^{-2}$             |
| I           | Ionenstärke $mol \cdot L^{-1}$                                             |
| $l_D$       | Debye-Länge m                                                              |
| $K^\sigma$  | Oberflächenleitfähigkeit S                                                 |
| $K^A$       | Leitfähigkeit der Elektrolytlösung S                                       |
| $K_f$       | die Leitfähigkeit der kontinuierlichen Phase $S \cdot m^{-1}$              |
| $K_s$       | die Leitfähigkeit der dispersen Phase $S \cdot m^{-1}$                     |
| $K_1$       | Anpassungskonstanten der Szyskowski-Gleichung N·m                          |
| $K_2$       | Anpassungskonstanten der Szyskowski-Gleichung $m^3 \cdot mol^{-1}$         |
| $K_{ext}$   | Extinktionskoeffizienten –                                                 |
| k           | Absorptionskonstante (Imaginäranteil) des komplexen Brechungsindex –       |
| L           | optische Weglänge (bzw. Küvettendicke) m                                   |
| $m_p$       | Partikelmasse kg                                                           |
| $M_{kom}$   | komplexer Brechungsindex der Partikel –                                    |
| $M_{k,r}$   | Moment aus der Partikelgrößenverteilung –                                  |
| $M_h$       | molare Massen der hydrophilen Gruppe des Emulgators $kg \cdot mol^{-1}$    |
| $M_l$       | molare Massen der lipophilen Gruppe des Emulgators $kg \cdot mol^{-1}$     |
| N           | Anzahl der Partikelfractionen –                                            |
| $N_{Zen}$   | Zentrifugendrehzahl $min^{-1}$                                             |
| n           | Brechungsindex (Realanteil) des komplexen Brechungsindex –                 |
| $n_i$       | Drehzahl $s^{-1}$                                                          |

|                     |                                                                                        |
|---------------------|----------------------------------------------------------------------------------------|
| $O$                 | Verdunkelung (engl. <i>obscuration</i> ) %                                             |
| $P_{\text{kal}}$    | kalorimetrischer Leistungseintrag W                                                    |
| $P_{\text{el}}$     | elektrischer Leistungseintrag W                                                        |
| $P_s$               | Dampfdruck bei Raumtemperatur Pa                                                       |
| $Q_r(x)$            | normierte Summenfunktion –                                                             |
| $q_r(x)$            | normierte Dichtefunktion $\text{m}^{-1}$                                               |
| $Q_3(x)$            | volumengewichtete Summenfunktion der Partikelgrößenverteilung –                        |
| $q_3(x)$            | volumengewichtete Dichtefunktion der Partikelgrößenverteilung $\text{m}^{-1}$          |
| $q_{r^*}(x)$        | transformierte Dichtefunktion der Partikelgrößenverteilung –                           |
| $Q_{\text{int}}(x)$ | intensitätsgewichtete Summenfunktion der Partikelgrößenverteilung –                    |
| $q_{\text{int}}(x)$ | intensitätsgewichtete Dichtefunktion der Partikelgrößenverteilung $\text{m}^{-1}$      |
| $q_2(x)$            | flächengewichtete Dichtefunktion der Partikelgrößenverteilung $\text{m}^{-1}$          |
| $q$                 | Streuvektor $\text{m}^{-1}$                                                            |
| $r$                 | Radius m                                                                               |
| $r_m$               | Abstand des Partikels von der Rotationsachse m                                         |
| $R$                 | Reflexionskoeffizient –                                                                |
| $Re$                | Reynolds-Zahl –                                                                        |
| $R_a$               | Abstand in Hansen Koordinaten $\text{MPa}^{1/2}$                                       |
| $R_o$               | Wechselwirkungsradius oder Löslichkeitsradius in Hansen Koordinaten $\text{MPa}^{1/2}$ |
| $S_V$               | volumenspezifische Oberfläche $\text{m}^{-1}$                                          |
| $S$                 | Entropie $\text{J}\cdot\text{K}^{-1}$                                                  |
| $s$                 | Länge des Weges m                                                                      |
| $s_i$               | Spaltbreite m                                                                          |
| $T$                 | absolute Temperatur K                                                                  |
| $T$                 | Transmission durch die Suspensionsprobe –                                              |
| $t$                 | Zeit s                                                                                 |
| $t_{\text{disp}}$   | Dispergierzeit s                                                                       |
| $t_{\text{Hom}}$    | Homogenisierungszeit s                                                                 |
| $t_{\text{Sed}}$    | Sedimentationszeit, Ablagerungszeit s                                                  |
| $V_T$               | gesamte Partikelwechselwirkungsenergie J                                               |
| $V_A$               | Energiepotenzial der Van-der-Waals-Wechselwirkungen J                                  |
| $V_B$               | Born'sche Abstoßungsenergie J                                                          |
| $V_R$               | elektrostatische Abstoßungsenergie J                                                   |
| $V$                 | Volumen $\text{m}^3$                                                                   |
| $V_m$               | molares Volumen $\text{m}^3\cdot\text{mol}^{-1}$                                       |
| $v$                 | Geschwindigkeit $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$                                           |
| $v_p$               | Geschwindigkeit der Partikel $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$                              |
| $v_S$               | (Schwarm-) Sedimentationsgeschwindigkeit $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$                  |

---

|                    |                                                                        |
|--------------------|------------------------------------------------------------------------|
| $v_{\mu,i}$        | Micro-Jet Geschwindigkeit $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$                 |
| $v_i$              | Spaltvolumen $\text{m}^{-3}$                                           |
| $v_{t,i}$          | Umfangsgeschwindigkeit $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$                    |
| $v_{\text{St}}$    | Stokes'sche Sedimentationsgeschwindigkeit $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ |
| $x$                | Partikelgröße $\text{m}$                                               |
| $x_{\text{Agg}}$   | Aggregatäquivalentdurchmesser $\text{m}$                               |
| $x_{\text{pp}}$    | Primärpartikel-bzw. Bestandteil-Partikelgröße $\text{m}$               |
| $x_{\text{St}}$    | Stokes-Durchmesser $\text{m}$                                          |
| $x_{50,3}$         | Medianwert der volumengewichteten Partikelgrößenverteilung $\text{m}$  |
| $x_{\text{mod},3}$ | Modalwert der volumengewichteten Partikelgrößenverteilung $\text{m}$   |
| $x_{\text{cum}}$   | intensitätsgewichteten harmonischen Mittelwert $\text{m}$              |
| $x_{\text{ST}}$    | Sauterdurchmesser $\text{m}$                                           |
| $x_v$              | volumenäquivalenter Kugeldurchmesser $\text{m}$                        |
| $Z$                | akustische Impedanz $\text{N}\cdot\text{s}\cdot\text{m}^{-3}$          |
| $z_i$              | Ionenwertigkeit oder Ladungszahl der Ionensorte $i$ –                  |

---

## Griechische Buchstaben

|                      |                                                                                           |
|----------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------|
| $\alpha$             | Absorptionskoeffizient –                                                                  |
| $\beta$              | isobarer Expansionskoeffizient $\text{K}^{-1}$                                            |
| $\gamma$             | Oberflächenspannung $\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$                                          |
| $\gamma_i$           | Scherrate $\text{s}^{-1}$                                                                 |
| $\Gamma_i$           | Oberflächenexzess-oder Konzentration $\text{mol}\cdot\text{m}^{-2}$                       |
| $\Gamma_{\infty}$    | Sättigungskonzentration des Emulgators auf der Grenzfläche $\text{mol}\cdot\text{m}^{-2}$ |
| $\gamma_{\text{GG}}$ | Gleichgewichtsgrenzflächenspannung $\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$                           |
| $\delta_{\text{D}}$  | Dispersionskraftkomponente (Löslichkeitsparameter) $\text{MPa}^{1/2}$                     |
| $\delta_{\text{P}}$  | Polarenkraftkomponente (Löslichkeitsparameter) $\text{MPa}^{1/2}$                         |
| $\delta_{\text{W}}$  | Wasserstoffbrückenbindungskraftkomponente (Löslichkeitsparameter) $\text{MPa}^{1/2}$      |
| $\delta_{\text{T}}$  | absoluter Löslichkeitsparameter oder Hildebrand-Parameter $\text{MPa}^{1/2}$              |
| $\epsilon_0$         | elektrische Feldkonstante $\text{C}\cdot\text{V}^{-1}\cdot\text{m}^{-1}$                  |
| $\epsilon_r$         | Permittivitätszahl –                                                                      |
| $\epsilon_i$         | massenspezifische Dissipationsrate $\text{W}\cdot\text{kg}^{-1}$                          |
| $\zeta$              | Zetapotenzial $\text{V}$                                                                  |
| $\eta$               | dynamische Viskosität $\text{Pa}\cdot\text{s}$                                            |
| $\Theta$             | Randwinkel, Benetzungswinkel, Kontaktwinkel Grad ( $^{\circ}$ )                           |
| $\theta$             | Streuwinkel Grad ( $^{\circ}$ )                                                           |
| $I$                  | Intensität bzw. gerätespezifische Einstellgröße der Dispergiertechnik %                   |

---

|                       |                                                                                          |
|-----------------------|------------------------------------------------------------------------------------------|
| $\kappa$              | Debye-Hückel Parameter $\text{m}^{-1}$                                                   |
| $\lambda$             | Wellenlänge $\text{m}$                                                                   |
| $\lambda$             | Leitfähigkeit $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$                                           |
| $\lambda$             | Wärmeleitfähigkeit $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$                        |
| $\mu$                 | dynamische elektrophoretische Mobilität $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{V}^{-1}$ |
| $\mu_i$               | chemisches Potenzial $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$                                      |
| $\nu$                 | kinematische Viskosität der fluiden Phase $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$                 |
| $\pi$                 | Kreis-Zahl –                                                                             |
| $\rho$                | Dichte $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$                                                     |
| $\sigma_0$            | Oberflächenladungsdichte $\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$                                   |
| $\tau$                | Wärmeleitkoeffizient $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$                      |
| $\tau_{\text{cav}}$   | Druckbeanspruchung $\text{Pa}$                                                           |
| $\tau_{\text{W}}$     | Schubspannung $\text{Pa}$                                                                |
| $\tau_{\text{max},i}$ | maximale Scherbeanspruchung in kleinsten Wirbeln $\text{Pa}$                             |
| $\chi$                | dynamischer Formfaktor –                                                                 |
| $\phi_N$              | Anzahlanteil –                                                                           |
| $\phi_\zeta$          | Volumenanteil –                                                                          |
| $\phi_M$              | Massenanteil –                                                                           |
| $\psi$                | elektrisches Potenzial $\text{V}$                                                        |
| $\psi_0$              | Oberflächenpotenzial $\text{V}$                                                          |
| $\omega$              | zentrifugale Winkelgeschwindigkeit $\text{rad}\cdot\text{s}^{-1}$                        |
| $\omega_{\text{MW}}$  | Maxwell-Wagner relaxation frequency $\text{Hz}$                                          |

---

## Indizes

---

|          |                                                        |
|----------|--------------------------------------------------------|
| Auf      | Aufrahmungsgeschwindigkeit                             |
| b        | Anpassungsparameter des Energiedichtekonzepts          |
| 0        | Anfang, $t = 0$                                        |
| $\infty$ | unendlich                                              |
| D        | Debye-Länge                                            |
| disp     | Dispergierung                                          |
| el       | elektrisch                                             |
| f        | kontinuierliche Phase                                  |
| grav     | Gravitationsfeld                                       |
| i        | Nummer der Größenklasse mit der oberen Intervallgrenze |
| j,k      | Partikelklasse                                         |
| kal      | kalorimetrisch                                         |
| m        | Lösungsmittel                                          |

---

|          |                                      |
|----------|--------------------------------------|
| Mikro    | Mikroemulsion                        |
| Makro    | Makroemulsion                        |
| max      | maximal                              |
| mess     | Messposition                         |
| p        | Partikel                             |
| r        | Mengenart                            |
| rel      | relativ                              |
| St       | Stokes                               |
| Sed      | Sedimentation                        |
| Zen      | Zentrifugalfeld                      |
| V        | Volumen                              |
| if       | Grenzfläche                          |
| $\sigma$ | elektrische Oberflächenladungsdichte |

---

## Mathematische Symbole

|          |                                              |
|----------|----------------------------------------------|
| $\nabla$ | Nabla-Operator                               |
| $\Delta$ | Differenz                                    |
| $\delta$ | partielle Ableitung                          |
| $J_1(x)$ | Besselfunktion erster Art und erster Ordnung |
| i        | imaginäre Einheit, $i^2 = -1$                |

---

## Konstanten

|                 |                                                                                     |
|-----------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| e               | Elementarladung $1,602 \cdot 10^{-19}$ C                                            |
| $\varepsilon_0$ | elektrische Feldkonstante $8,855 \cdot 10^{-12}$ C·V <sup>-1</sup> ·m <sup>-1</sup> |
| F               | Faraday-Konstante $9,649 \cdot 10^4$ C·mol <sup>-1</sup>                            |
| g               | Erdbeschleunigung $9,81$ m·s <sup>-2</sup>                                          |
| $k_B$           | Boltzmann-Konstante $1,381 \cdot 10^{-23}$ J·K <sup>-1</sup>                        |
| $N_A$           | Avogadro-Konstante $6,022 \cdot 10^{23}$ mol <sup>-1</sup>                          |
| R               | universelle Gaskonstante $8,3145$ J·mol <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup>              |

---

## Abkürzungen

|     |                                             |
|-----|---------------------------------------------|
| AFC | Amplitude der Korrelationsfunktion          |
| BB  | Beschallungsbecher (engl. <i>cup-horn</i> ) |

---

|        |                                                                                                          |
|--------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| CCD    | engl. <i>charge-coupled-device</i>                                                                       |
| CMC    | Mizellenbildungskonzentration (engl. <i>critical micelle concentration</i> )                             |
| CPE    | engl. <i>Cloud- Point-Extraction</i>                                                                     |
| dDT    | direkte Dispergiertechniken                                                                              |
| DLS    | dynamische Lichtstreuung                                                                                 |
| DLVO   | Derjaguin, Landau, Verwey, Overbeek                                                                      |
| dr.CR  | abgeleitete Photonen-Zählrate                                                                            |
| dUSD   | direkte Ultraschalldispersion                                                                            |
| EDS    | elektrochemische Doppelschicht                                                                           |
| EDX    | Energiedispersive Röntgenspektroskopie (engl. <i>energy dispersive X-ray spectroscopy</i> )              |
| EHS    | Umwelt- und Gesundheitssicherheit (engl. <i>environmental and health safety</i> )                        |
| ELS    | elektrophoretische Lichtstreuung                                                                         |
| EM     | elektrophoretische Ultramikroskopie                                                                      |
| EPZ    | Einzelpartikel-Extinktionszähler                                                                         |
| FeSSIF | simulierte intestinale Lösung für gefüllten Darm (engl. <i>fed-state simulated intestinal fluids</i> )   |
| FM     | Formulierungsvariante                                                                                    |
| HACCP  | Gefahrenanalyse und kritische Kontrollpunkte (engl. <i>hazard analysis and critical control points</i> ) |
| iDT    | indirekte Dispergiertechniken                                                                            |
| IEP    | Isoelektrischer Punkt                                                                                    |
| IHP    | innere Helmholtz-Ebene (engl. <i>inner Helmholtz plane</i> )                                             |
| iUSD   | indirekte Ultraschalldispersion                                                                          |
| KR     | Kopfrührer (engl. <i>paddle apparatus</i> )                                                              |
| LB     | Laserbeugung (Spektroskopie)                                                                             |
| LNVT   | logarithmische Normalverteilung                                                                          |
| NM     | Nanomaterialien                                                                                          |
| NTA    | Partikeltrajektorien-Analyse (engl. <i>Nanoparticle Tracking Analysis</i> )                              |
| OHP    | äußere Helmholtz-Ebene (engl. <i>outer Helmholtz plane</i> )                                             |
| PCD    | Partikelladungsdetektor (engl. <i>Particle Charge Detektor</i> )                                         |
| PCS    | Photonenkorrelationsspektroskopie (eine Ausführungsvariante der DLS)                                     |
| PDI    | Polydispersitätsindex                                                                                    |
| PGV    | Partikelgrößenverteilung                                                                                 |
| PIT    | Phaseninversionstemperatur (engl. <i>Phase Inversion Temperature</i> )                                   |
| ppmw   | Millionstel Gewichtsanteil (engl. <i>part per million by weight</i> )                                    |
| PTA    | Particle Tracking Analysis                                                                               |

|     |                                                                      |
|-----|----------------------------------------------------------------------|
| PZC | Ladungsnullpunkt (engl. <i>point of zero charge</i> )                |
| RED | relative Energiedifferenz (engl. <i>relative energy difference</i> ) |
| REM | Rasterelektronenmikroskop(ie)                                        |
| RSD | Rotor-Stator-Dispergierung                                           |
| SAS | Synthetisches Amorphes Siliziumdioxid                                |
| SDS | Dodecylsulfat Natriumsalz (engl. <i>Sodium Dodecyl Sulfate</i> )     |
| SOP | Standardvorgehensweise (engl. <i>Standard Operating Procedure</i> )  |
| TEM | Transmissionselektronenmikroskopie                                   |
| USD | Ultraschall dispergierung                                            |
| USW | Ultraschallwanne                                                     |
| UT  | Ultra-Turrax                                                         |

---

# Abbildungsverzeichnis

|          |                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |    |
|----------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Abb. 1.1 | Schema zum Dispersitätszustand von Nanopartikelsystemen .....                                                                                                                                                                                                                                      | 4  |
| Abb. 2.1 | Schema zur Klassifizierung von Kernbegriffen in der Nanotechnologie [40–42] .....                                                                                                                                                                                                                  | 10 |
| Abb. 2.2 | Exemplarische Partikelvarianten von (kugelförmigen) NM in dispersen Systemen: <b>a)</b> Primärpartikel oder Einzelpartikel <b>b)</b> Aggregate aus Primärpartikeln <b>c)</b> Agglomerate aus Aggregaten/Primärpartikeln .....                                                                      | 12 |
| Abb. 2.3 | Gouy-Chapman-Stern-Grahame Modell (GCSM-Modell) zur schematischen Modellvorstellung zum Aufbau der elektrochemischen Doppelschicht und des Potenzialverlaufs ( $\psi$ ) in Funktion vom Abstand ( $r$ ) der Partikeloberfläche ( $S$ ) .....                                                       | 18 |
| Abb. 2.4 | Abhängigkeit der Oberflächenladung vom pH-Wert für Oxidpartikel in wässrigen Lösungen [16, 19, 112] .....                                                                                                                                                                                          | 19 |
| Abb. 2.5 | Theoretische Ergebnisse: Vergleich der EDS für Aggregate nach Debye-Längen in einer Elektrolytlösung bei zwei verschiedenen Konzentrationen [11, 19] <b>a)</b> dicke Doppelschicht durch geringe Ionenstärke: $c = 0,1$ mM <b>b)</b> dünne Doppelschicht durch hohe Ionenstärke: $c = 10$ mM ..... | 21 |
| Abb. 2.6 | Einfluss der Ionenkonzentration ( $c_{\text{Ion}}$ ) auf das Zetapotenzial ( $\zeta$ ) wobei a: den spezifisch wirkenden Elektrolyt und b: den indifferenten Elektrolyt darstellt [19] .....                                                                                                       | 22 |

|           |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                |    |
|-----------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Abb. 2.7  | Verlauf der Wechselwirkungskurve für Partikel (oder Tropfen): <b>a)</b> Darstellung der Gesamtwechselwirkungsenergie ( $V_T$ ) aus verschiedenen Komponenten wie der Van-der-Waals Kraft ( $V_A$ ) (Anziehungskraft), der elektrostatischen Abstoßung ( $V_R$ ) und der Born'schen Abstoßung ( $V_B$ ) bei Partikelabstand ( $h$ ) <b>b)</b> Gesamtenergie ( $V_T$ ) in Abhängigkeit von Zetapotenzial ( $\zeta$ ) und Doppelschichtdicke ( $\kappa \cdot a$ ) | 24 |
| Abb. 2.8  | Schema zum Hansen-Löslichkeitsparameter bei einem typischen Volumen der Interaktion eines Stoffsystems mit Radius ( $R_O$ ) [155]                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | 27 |
| Abb. 2.9  | Oberflächenspannung in der Dreiphasengrenze (Rand- oder Kontaktwinkel der Benetzung)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | 29 |
| Abb. 2.10 | Schema zur Erkennung der dispersen Mehrphasensysteme von Emulsionstypen [54, 146, 183]                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | 32 |
| Abb. 2.11 | Schema zur Differenzierung der dispersen Mehrphasensysteme mit und ohne Anwesenheit von NM: <b>a)</b> O/W-Emulsion, <b>b)</b> Pickering Emulsion und <b>c)</b> Suspoemulsion <b>b)</b> und <b>c)</b> beide disperse Systeme enthalten hydrophobe NM                                                                                                                                                                                                            | 33 |
| Abb. 2.12 | Destabilisierungsphänomene des Zustands von flüssig-flüssig-dispersen Systemen [49, 54, 182]                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | 34 |
| Abb. 2.13 | Darstellung des Dispergiermechanismus des Ultraschalldispergierers: <b>a)</b> direkte USD (dUSD) und <b>b)</b> indirekte USD (iUSD) <b>c)</b> Schema zur Ultraschalldispergierung (USD) von Nanopartikelsystemen: 1: Blase, 2: Agglomerate, 3: Kollabieren von Blasen und 4: Mikro-Jet                                                                                                                                                                         | 43 |
| Abb. 2.14 | Darstellung des Dispergiermechanismus des Rotor-Stator Dispergierers [19, 256–259]: <b>a)</b> IKA ULTRA-TURRAX® T 25,1: Darstellung eines Jets in den radialen Stator-Öffnungen, 2: Mikrowirbel, 3: Stator und 4: Rotor <b>b)</b> Schema von räumlichem Einzelwirbel der freien Turbulenz a: Wirbelkerne, b: Staupunkte, $r_w$ : Wirbelradius, $W^*$ : maximale Wirbelgeschwindigkeit                                                                          | 45 |

|          |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |    |
|----------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Abb. 3.1 | Schema zu Bestandteilen und Struktur einer prinzipiellen Methodologie für die Charakterisierung von Nanopartikelsystemen .....                                                                                                                                                                                                                                                                                            | 62 |
| Abb. 3.2 | Vergleich der gemessenen Partikelgrößenverteilung, gewichtet nach unterschiedlichen Messtechniken (LUM: $x_{OCA}$ ; ZetaView: $x_{DM}$ ; HPPS: $x_{DLS}$ ; HELOS: $x_{LB}$ ; TOPAS: $x_{\mu-Sib}$ ) für pyrogene Kieselsäure (300 $m^2/g$ ) und Dispergierzeiten: <b>a)</b> $t_{disp}$ : 1 min UT und <b>b)</b> $t_{disp}$ : + 1 min US .....                                                                             | 64 |
| Abb. 4.1 | REM Aufnahmen für unterschiedliche Silica-Typen: <b>a)</b> Pyrogene Kieselsäure (offene fraktalartige Aggregate) <b>b)</b> gefällte Kieselsäure (kompakte fraktalartige Aggregate) <b>c)</b> Silicagel (kompakte und mikroporöse fraktalartige Aggregate) <b>d)</b> kolloidale Silica (isolierte sphärische Nanopartikel oder kleine Aggregate) .....                                                                     | 74 |
| Abb. 4.2 | Messprinzip der Laserbeugungsspektroskopie (LB) [19, 336]: <b>a)</b> Klassischer Aufbau von Laserbeugungsinstrumenten <b>b)</b> Signalverstärkung mit Ringdetektor .....                                                                                                                                                                                                                                                  | 78 |
| Abb. 4.3 | Messprinzip der dynamischen Lichtstreuung (DLS) [19]: <b>a)</b> Experiment zur dynamischen Lichtstreuung <b>b)</b> Intensitätsschwankung für kleine und schnelle Partikel (grüne Kurve) und für große und langsame Partikel (graue Kurve) .....                                                                                                                                                                           | 81 |
| Abb. 4.4 | Elektrophoretische Mobilität kolloidaler Kugeln in Funktion des Henry-Faktors $f(\kappa \cdot a)$ und des Zetapotenzials ( $\zeta$ ) [379] .....                                                                                                                                                                                                                                                                          | 88 |
| Abb. 5.1 | Relevante Materialeigenschaften und Einflussparameter auf die Schallintensität von ausgewählten flüssigen und festen Stoffsystemen; Kodierung: RW: Wasser, Eth: Ethanol, Ace: Aceton, Sonöl.: Sonnenblumenöl, OliÖl: Olivenöl, BorG: Borosilikatglas, QuaG: Quarzglas, AcrG: Acrylglas, PS: Polystyren, PP: Polypropylen <b>a)</b> Temperaturleitkoeffizient ( $\alpha$ ) und <b>b)</b> akustische Impedanz ( $Z$ ) ..... | 93 |

|          |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |     |
|----------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Abb. 5.2 | Progressive Erwärmung von direkten Dispergiertechniken, wie Sonotrode und Rotor-Stator; Probenflüssigkeit (Wasser) und Becher im Laufe der Dispergierung. Die Bilder wurden mit einer Wärmebildkamera (Seek Thermal) nach verschiedenen Dispergierperioden aufgenommen. Die Temperatur (in Grad Celsius) wird auf einer Pseudofarbskala angezeigt, deren Bereich automatisch auf die Temperaturspitze ( $T_{\min}/T_{\max}$ ) der Messung eingestellt wurde. <b>a-0</b> ) und <b>a-1</b> ) $t_{\text{disp}}$ : 0 s, <b>a-2</b> ) $t_{\text{disp}}$ : 30 s, <b>a-3</b> ) $t_{\text{disp}}$ : 60 s entsprechen dUSD (Sonotrode) <b>b-0</b> ) und <b>b-1</b> ) $t_{\text{disp}}$ : 0 s, <b>b-2</b> ) $t_{\text{disp}}$ : 300 s, <b>b-3</b> ) $t_{\text{disp}}$ : 600 s entsprechen RSD ..... | 94  |
| Abb. 5.3 | Progressive Erwärmung von indirekten Dispergiertechniken, Probenflüssigkeit (Wasser) und Becher im Laufe der Dispergierung. Die Bilder wurden mit einer Wärmebildkamera (Seek Thermal) nach verschiedenen Dispergierperioden aufgenommen; Die Temperatur (in Grad Celsius) wird auf einer Pseudofarbskala angezeigt, deren Bereich automatisch auf die Temperaturspitze ( $T_{\min}/T_{\max}$ ) der Messung eingestellt wurde. <b>a-0</b> ) und <b>a-1</b> ) $t_{\text{disp}}$ : 0 s, <b>a-2</b> ) $t_{\text{disp}}$ : 10 min, <b>a-3</b> ) $t_{\text{disp}}$ : 20 min entsprechen iUSD (USW) <b>b-0</b> ) und <b>b-1</b> ) $t_{\text{disp}}$ : 0 s, <b>b-2</b> ) $t_{\text{disp}}$ : 5 min, <b>b-3</b> ) $t_{\text{disp}}$ : 10 min entsprechen iUSD (BB) .....                          | 96  |
| Abb. 5.4 | Einfluss der Eintauchtiefe (ET) für Sonotrode S3 Topas durch 100 ml Reinstwasser als Probenvolumen: <b>a</b> ) kal. Leistungseintrag $P_{\text{kal}}$ (W) <b>b</b> ) kal./el. Leistungseintrag $P_{\text{kal}}/P_{\text{el}}$ .....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | 101 |
| Abb. 5.5 | Einfluss der Volumina auf den kalorimetrischen Leistungs- und Energieeintrag für USD mit Sonotrode S7 Topas für nicht isoliertes Probenvolumen .....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | 102 |
| Abb. 5.6 | Vergleich von isoliertem und nicht isoliertem Probenvolumen in Bezug auf die kal. Energiedichte und den el. Leistungseintrag für Topas S7 und Vibra-Cell™ Ø 19 mm durch progressive: <b>a</b> ) Dispergierzeit $t_{\text{disp}}$ (min) <b>b</b> ) Intensität der Dispergiertechnik (I, in %); 100 ml Probenvolumen .....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | 103 |

|           |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |     |
|-----------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Abb. 5.7  | Einfluss der Becherglas-Arretierung auf den elektr. Leistungseintrag für dUSD mit Sonotrode S14 Topas bei unterschiedlichen Intensitäten I: 50 %; 75 %; 100 %; in Luft: Fixierung durch Greifarm, im Wasser: Aufbau wie bei Nanogenotox [268], Plateau: Anordnung wie bei Taurozzi et al. [67], Isolierschaum: Standard für kalorimetrische Kalibrierung [34, 35] .....                                                                                                                                                                                                                                                 | 103 |
| Abb. 5.8  | Kalorimetrische Kalibrierung von dUSD von isoliertem Probenvolumen; Dispergiergeräte Branson 450D (B) mit $\varnothing$ 13 mm und $\varnothing$ 5 mm Sonotroden, Vibra-Cell™ 72412 (V) $\varnothing$ 19 mm Sonotrode, Topas UDS751 (T) $\varnothing$ 3 mm, $\varnothing$ 7 mm und $\varnothing$ 14 mm Sonotroden: <b>a)</b> Temperaturänderung der gemessenen Daten für verschiedene Intensitäten (I, in %) mittels eines Branson 450D mit $\varnothing$ 13 mm <b>b)</b> Vergleich der kalorimetrischen Leistung ( $P_{V,kal}$ ) bei unterschiedlichen Intensitäten (I, in %) von verschiedenen Dispergiergeräten ..... | 104 |
| Abb. 5.9  | Korrelation der eingetragenen volumenspezifischen Energiedichte ( $E_{V,el}$ und $E_{V,kal}$ ) versus intensitätsgewichtetem harmonischem Mittelwert $x_{cum}$ (nm) gemessen mit DLS; dUSD Vibra-Cell™ ( $\varnothing$ 19 mm) und Topas ( $\varnothing$ 7 mm, $\varnothing$ 14 mm); <b>a)</b> Vergleich $E_{V,el}$ und $E_{V,kal}$ für SiO <sub>2</sub> (Aerosil® 200) <b>b)</b> Vergleich $E_{V,el}$ und $E_{V,kal}$ für TiO <sub>2</sub> (P25) .....                                                                                                                                                                  | 105 |
| Abb. 5.10 | Kalorimetrische Kalibrierung des Zahnkranzdispergierers Ultra-Turrax (UT); Temperaturänderung von Daten für verschiedene Drehzahlen ( $\text{min}^{-1}$ ) mittels eines Zahnkranzdispergierers Ultra-Turrax: <b>a)</b> feines Werkzeug UT S25N-10G (UT-k) <b>b)</b> grobes Werkzeug S25N-25G (UT-g) .....                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | 106 |
| Abb. 5.11 | Kalorimetrische Kalibrierung (Leistungseintrag $P_{kal}$ ) des Zahnkranzdispergierers Ultra-Turrax bei Variation der: <b>a-1)</b> Probenvolumina und <b>a-2)</b> Drehzahlen ( $\text{min}^{-1}$ ) von UT S25N-10G (UT-k) <b>b-1)</b> Probenvolumina und <b>b-2)</b> Drehzahlen ( $\text{min}^{-1}$ ) von UT S25N-25G (UT-g) .....                                                                                                                                                                                                                                                                                       | 107 |
| Abb. 5.12 | Anwendung des Energiedichtekonzepts von direkter USD bei Einsatz des materialspezifischen Dispergiergesetzes ( $E_{V,iKM}$ ): <b>a)</b> dUSD von HDK® N20 <b>b)</b> iUSD von Aeroxide® TiO <sub>2</sub> P90 .....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | 108 |

|           |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |     |
|-----------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Abb. 5.13 | Kalibrierung für Beschallungsbecher auf Basis der Materialkurven: <b>a)</b> Kalibrierung des iUSD mit HDK® N20 <b>b)</b> Kalibrierung basierend auf HDK® N20, Überprüfung mit Aerioxide® TiO <sub>2</sub> P90 .....                                                                                                           | 109 |
| Abb. 5.14 | Reproduzierbarkeit von direkten Dispergiertechniken im Mikrometerbereich: LB-Ergebnisse von RSD und dUSD dispergierten SAS-Suspensionen. Die Messungen stammen von unabhängig präparierten Suspensionsproben, Tagen und Bearbeitern. <b>a)</b> Sipernat®22 S <b>b)</b> HDK®D05 .....                                          | 110 |
| Abb. 5.15 | Vergleich der Reproduzierbarkeit von direkten und indirekten Ultraschalldispergiertechniken im Nanometerbereich: DLS-Ergebnisse von 1 Ma.-% HDK® N20 in DIW; Die Messungen stammen von unabhängig präparierten Suspensionsproben, Tagen und Bearbeitern. <b>a)</b> dUSD (Sonotrode) <b>b)</b> iUSD (Beschallungsbecher) ..... | 111 |
| Abb. 5.16 | Vergleich des volumenspezifischen kalorimetrischen Energieeintrags bei dUSD: <b>a)</b> Einfluss der Partikelkonzentration für P25; dUSD mittels Ø 7 mm, Ø 14 mm und Ø 19 mm <b>b)</b> Einfluss des Volumens für Aerosil® 200, dUSD mittels Ø 7 mm .....                                                                       | 112 |
| Abb. 5.17 | Vergleich des volumenspezifischen Energieeintrags bei Veränderung des Einstellungsparameters der dUSD für pyrogene Kieselsäure Aerosil® 200 .....                                                                                                                                                                             | 113 |
| Abb. 5.18 | Abhängigkeit des mittleren hydrodynamischen Durchmessers von der kalorimetrischen Energiedichte. PGV für die USD mehrerer Klassen (spezifische Oberfläche) verschiedener pyrogener Stoffsysteme; Messung mittels DLS: <b>a)</b> Streuwinkel von 173° <b>b)</b> Streuwinkel von 90° .....                                      | 114 |
| Abb. 5.19 | Vergleich der Quantile der Laserbeugung für gefällte Kieselsäure NM-200 (1 Ma.-%) nach Dispergierung mit RSD mit kleinem Dispergierwerkzeug UT-k nach Variation: <b>a)</b> der Intensität bzw. Drehzahl <b>b)</b> Probenvolumina .....                                                                                        | 115 |

|           |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |     |
|-----------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Abb. 5.20 | Vergleich der Quantile der Laserbeugung für gefällte Kieselsäure NM-200 (1 Ma.-%) nach Dispergierung mit RSD <b>a)</b> Dispergierwerkzeug UT-g bei Variation der Intensität bzw. Drehzahl <b>b)</b> Vergleich der Dispergierwerkzeuge UT-k und UT-g für Quantil $x_{50}$ und 100 ml Probenvolumen .....                                                                                                             | 116 |
| Abb. 5.21 | Verlauf der Quantile der Laserbeugung für gefällte Kieselsäure NM-200 in Funktion des volumenspezifischen kalorimetrischen Energieeintrags für die RSD und dUSD für verschiedene Probenvolumina (Stammsuspension 1 Ma.-%) .....                                                                                                                                                                                     | 117 |
| Abb. 5.22 | Änderung des mittleren hydrodynamischen Durchmessers ( $x_{cum}$ , gemessen durch DLS) während der iUSD von: <b>a)</b> Materialeinfluss <b>b)</b> Einfluss der Amplitude für PP Probengefäß .....                                                                                                                                                                                                                   | 118 |
| Abb. 5.23 | Änderung des mittleren hydrodynamischen Durchmessers ( $x_{cum}$ , gemessen durch DLS) während der USD von pyrogener Kieselsäure (HDK® N20) mit dUSD (Sonotroden) und iUSD (Beschallungsbecher, BB) <b>a)</b> Änderung der $x_{cum}$ <b>b)</b> Änderung des Polydispersitätsindex (PDI) und Absatzbild mit Vergleich des Sediments von dispergierten SAS mit dUSD und iUSD .....                                    | 119 |
| Abb. 5.24 | Entwicklung der PGV während der USD von pyrogener Kieselsäure (200 m <sup>2</sup> /g) gemessene volumengewichtete Summenfunktionen mittels LB für die Energiedichte <b>a)</b> $Ev_{kal} \leq 86$ J/ml <b>b)</b> $Ev_{kal} \geq 86$ J/ml .....                                                                                                                                                                       | 121 |
| Abb. 5.25 | Änderung der hydrodynamischen Partikelgröße (gemessen durch DLS) während der Ultraschallbehandlung von pyrogener Kieselsäure (200 m <sup>2</sup> /g): <b>a)</b> intensitätsgewichtete transformierte Dichtefunktionen für unterschiedliche Energiedichtewerte <b>b)</b> entsprechende mittlere Partikelgröße ( $x_{cum}$ ) und Polydispersitätsindex (PDI), wie sie mit der Kumulantenanalyse bestimmt wurden ..... | 122 |