

Bericht über die 10. Internationale Konferenz für Dispersionsanalyse und Materialprüfung Berlin, virtuell, 2022

F. Scholz, M. Hood

LUM GmbH, Justus-von-Liebig-Straße 3, 12489 Berlin, Germany, www.lum-gmbh.com

Die 10. Konferenz für Dispersionsanalyse und Materialtestung fand am 24. und 25. Januar 2022 erstmals rein virtuell statt. 9 Referenten und eine Rekordzahl von 90 Teilnehmern aus insgesamt 23 Ländern haben sich dazugeschaltet, um sich online mit anderen Spezialisten auszutauschen und ihr Fachwissen auf den neusten Stand zu bringen. Renommiertere nationale und internationale Experten präsentierten ihre neuesten Forschungsergebnisse aus den Bereichen Hansen Dispergierbarkeits-/Löslichkeitsparameter, Struktur- und Separationsanalyse von Formulierungen des täglichen Lebens und Charakterisierung von Partikeleigenschaften. Hierbei wurden neue und sehr unterschiedliche Anwendungen für Industrie und Forschung vorgestellt, die alle mit LUM Instrumenten gemessen wurden [1].

Die Veranstaltung wurde durch den Vorsitzenden des wissenschaftlichen Komitees, Prof. Dr. Dr. Dietmar Lerche eröffnet. Seine Einführung zu den neusten Anwendungsgebieten für den Dispersionsanalysator LUMiSizer® und das Haftfestigkeitsmessgerät LUMiFrac® in der Batterie- und Wasserstoffforschung sowie zum Einzelpartikelzähler LUMiSpoc® in der Filtration und in der Halbleiterforschung hat einen perfekten Auftakt für die Konferenz gegeben. Lerche stellte in seiner Funktion als Convenor der Working Groups WG 2 (Sedimentation) und WG 16 (Stabilität) des ISO-TC 24 / SC4 neue Aktivitäten zu Standardisierungen von Dispersionsanalyse und Materialprüfung vor.

Hansen Dispergierbarkeits- und Löslichkeitsparameter

Sven Uwe Böhm von KRONOS INTERNATIONAL Inc. berichtete von der Untersuchung der Anwendbarkeit der Hansen-Löslichkeitsparameter für die Entwicklung von Titandioxid-Pigmenten. Die Ergebnisse der integralen Extinktion des LUMiSizer®s wurden wie von Lerche et. al beschrieben [2], in relative Sedimentationszeiten umgewandelt und anschließend analysiert. Durch eine komparative Untersuchung der Hansen Parameter konnten Pigment-Matrix-Wechselwirkungen in verschiedenen Anwendungen erfolgreich verglichen werden.

Titandioxid-Photokatalysatoren werden für den Abbau verschiedener flüchtiger organischer Verbindungen eingesetzt [3]. **Osama Anwar** von der Universität Duisburg-Essen hat eine effiziente Methode zum Vergleich verschiedener Photokatalysatoren und deren Adsorption von flüchtigen organischen Verbindungen vorgestellt. Hierfür wurden Hansen Parameter mithilfe von Partikelgrößenverteilungen im LUMiSizer® bestimmt.

Dr. Jörg Schuhmacher von der Schott AG hat in seinen Vortrag einen Ansatz zur Ermittlung der optimalen Zusammensetzung von Mehrkomponenten-Lösungsmittelmischungen für die Dispersion von Mehrkomponenten-Partikelkollektiven beschrieben. Hierfür setzte er die Sedimentationsanalyse mit LUMiSizer®, die unter anderem Süß et. al [4] beschrieben haben, zur Bestimmung von Hansen Parametern ein. Es konnten erfolgreich optimale Lösemittelmischungen für nasschemische mehrkomponentige Beschichtungsmaterialien identifiziert werden.

Bei der Herstellung von Brennstoffzellentinte wird der mit Platin beladene Kohlenstoff in der Regel mit Wasser, organischen Lösungsmitteln und einem Ionomer gemischt und dispergiert. Die Interaktion von Kohlenstoff mit den Molekülen der flüssigen Phase bestimmt hauptsächlich die Stabilität der Tinte. **Amin Said Amin** von der Universität Duisburg-Essen hat seine Forschung zur Verwendung der Hansen-Löslichkeitsparameter zur systematischen Untersuchung der Stabilität von Kohlenstoffdispersionen in

unterschiedlichen organischen Lösungsmitteln präsentiert. Nach dem Konzept von Hansen [5], ist es ihm gelungen, geeignete Lösungsmittel im Sinne der Methode von Süß et al. [6] mithilfe des LUMiSizer®s zu identifizieren.

Struktur- und Separationsanalyse von Formulierungen des täglichen Lebens

Prof. Dr. Timothy Hunter von der University of Leeds hat einen Vergleich von Sedimentationssimulationen von bidispersen kolloidalen Systemen (erstellt aus Daten von [7]) und die dazugehörigen Validierungsexperimente mit dem LUMiSizer® vorgestellt. Für die Experimente und Modelle wurde kugelförmiges Silica in drei verschiedenen Größen verwendet. Die Ergebnisse haben eine gute Übereinstimmung von Simulation und Experiment geliefert. In der Diskussion betonte Hunter die industrielle Bedeutung seiner Erkenntnisse für die Weiterentwicklung von textilen Weichspülern und von Körperpflegeprodukten sowie von Titandioxid- oder latexbasierten Farben. Ebenso zielführend unterstützen derartige Simulationen das bessere Verständnis des Verhaltens von nicht-sphärischen, stabartigen Partikeln im Atommüll - ein Bereich, in dem offenkundig praktische Labor- und Technikums-Vorversuche unterbleiben müssen.

Yuwen Meng von der Le Mans Université hat über ihre interessante Arbeit zum Effekt von Xanthan auf die Stabilität von Wasser-in-Wasser-Emulsionen auf Basis von POE (Polyethylenoxid) und Dextran referiert [8]. Solche ölfreien Emulsionen sind in der Pharma- und Lebensmittelindustrie besonders gefragt, um den Einsatz von Tensiden zu vermeiden. Im Ausblick verwies Meng auf die geplante Untersuchung weiterer Polysaccharide als auch auf weitergehende Experimente im LUMiSizer® zum Einfluss der Temperatur auf die Stabilität.

Moderne Ansätze für das Scale-up von Vollmantelzentrifugen oder Dekantern kombinieren detaillierte Modellierungen mit Materialfunktionen zur Vorhersage des physikalischen Verhaltens von Feststoffsuspensionen für Separationsprozesse. **Dr.-Ing. Marco Gleiß** vom Karlsruher Institut für Technologie (KIT) hat ein Prognosewerkzeug für den Scale-up von Dekantern auf der Grundlage von kleinen Produktmengen und Testversuchen mit dem LUMiSizer® vorgestellt, welches das Potenzial besitzt, den Aufwand für Pilotanlagen zu minimieren. Hierbei verwies Gleiß auch auf die Arbeiten von Usher [9, 10] und vertiefte mit seinem eigenen Beitrag in diesem Jahr die Bedeutung und das Potential der analytischen Zentrifugation für die industrielle Separation u.a. in der stetig zunehmenden Biotechnologie.

Charakterisierung von Partikeleigenschaften

Paola Cardenas Lopez von der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg hat eine neue Analyseverfahren entwickelt, die eine Multiparameter-Charakterisierung der Partikelgrößen- und Zusammensetzungsverteilung von Nanopartikeln aus Edelmetalllegierungen ermöglicht. In ihrer Arbeit konnte durch Validierung mit Sedimentationssimulationen dargelegt werden, dass ihre Vorgehensweise der analytische Ultrazentrifugation mit einem Multi-Wellenlängen-Extinktionsdetektor dazu in der Lage ist, 2D-Größen-Zusammensetzungsverteilungen mit hoher Genauigkeit zu bestimmen. Im Ausblick erklärte Cardenas Lopez, dass die Methode auf andere plasmonische Systeme wie z.B. bi-metallische Kernschalenpartikel und z.B. wie von Uttinger et al. [11] auch mittels analytischer Zentrifugation (LUMiSizer®) unter Benutzung der neuen sektorförmigen Messzellen realisiert werden kann.

Die in der Industrie häufig eingesetzten Titandioxidpartikel neigen zur Agglomeration. Agglomerate haben Hohlräume, wodurch deren effektive Dichte signifikant kleiner ist als das Material an sich ohne

Porosität [12]. Diese durchschnittliche effektive Dichte von Agglomeraten ist für Untersuchungen, z.B. zur Partikeltoxikologie, entscheidend. **Dr. Horst Purwin** von KRONOS INTERNATIONAL Inc. ist es gelungen, Sedimente im Detail im LUMiReader®X-Ray zu untersuchen, um die effektive Agglomerat-Dichte von Titandioxid zu berechnen.

Young Scientist Award 2022

Seit 2014 zeichnet LUM bei jeder Internationalen Konferenz für Dispersionsanalyse und Materialprüfung einen vielversprechenden Nachwuchswissenschaftler aus. Da in 2021 die Konferenz leider verlegt werden musste, wurden in diesem Jahr Bewerbungen von 2021 für den Young Scientist Award 2022 mit einbezogen. Vier Nominierte wurden eingeladen, um auf der virtuellen Konferenz die Ergebnisse ihrer spannenden Forschungen aus ihrer jeweiligen Abschlussarbeit vorzustellen. Wichtige Themen wie effektive Ressourcennutzung, die Reduktion von Schadstoffen sowie die Übertragung von Mechanismen aus der Natur in die Praxis wurden diskutiert [13].

Lia Beraldo da Silveira Balestrin von der Instituto Federal do Rio Grande do Sul hat eine alternative experimentelle Methodik vorgestellt, die es ermöglicht, die Ablagerung von Asphalten in einem Gemisch aus Rohöl und n-Heptan unter Einsatz von Inhibitoren zu untersuchen. Mittels beschleunigter Sedimentationsanalyse im LUMiSizer® war es ihr möglich, die Effektivität von Inhibitoren nachzuweisen, was bei traditionellen Methoden vernachlässigt wurde. Darüber hinaus konnte die minimale effiziente Konzentration für die Verbindungen bestimmt werden. [14, 15]

Muschelinspirierte Catechol-haltige Polymere sind eine vielversprechende Grundlage für die Entwicklung starker biogener Klebstoffe. **Dr.-Ing. Charlotte Capitain** von der Hochschule Mannheim hat in ihrer Arbeit durch die Funktionalisierung von Chitosan mit PCA (Protocatechusäure) einen starken und nachhaltigen Bio-Klebstoff entwickelt, der aus natürlich vorkommenden Stoffen hergestellt wurde - ohne Verwendung von giftigen Chemikalien oder Verfahren. Zum vereinfachten und praktikablen Verständnis der eher komplizierten Polymerisationsvorgänge wurden die Partikelgrößenverteilungen von Chitosan, PCA-Chitosan-Agglomeraten und spontanen sowie enzymkatalysierten Polymerisationsprodukten mit dem LUMiReader®PSA bestimmt und mit dem Mikroskop (subjektive Bewertung) verglichen. Für Chitosan besteht eine sehr gute Übereinstimmung der beiden Messverfahren [16]. Der LUMiReader®PSA als analytisches, objektives Messgerät mit extinktionsbasierter Größenverteilung (nach ISO 13317) bei verschiedenen Wellenlängen spielt seine Vorteile bei allen Polymerisationsprodukten aus.

Additive Fertigungstechnologien ermöglichen die Verwirklichung der Ziele von Leichtbaukonstruktionen mit erhöhter integrierter Funktionalität. Sie haben das Potenzial, den Materialabfall zu verringern und ermöglichen eine flexible geometrische Gestaltung und einen schnelleren Entwicklungszyklus. **Inga-Malena Meyenborg** von Fraunhofer IFAM Bremen hat erfolgreich den Adhäsionsanalysator LUMiFrac® verwendet, um die Zug- und Ermüdungseigenschaften von AlSi7Mg0.6-Proben zu prüfen, die mit der additiven Fertigungstechnologie des selektiven Laserschmelzens hergestellt wurden. Durch das im Vergleich zu herkömmlichen Methoden einfache und schnelle Prüfverfahren konnten Materialien und Ressourcen gespart werden [17].

Das Mischen von mehr als einer Agrochemikalie in einem Tank ist eine gängige Strategie durch gleichzeitigen Bekämpfung verschiedener Schädlinge und Pflanzenkrankheiten, um die Sprühzeiten und damit die Betriebskosten zu reduzieren. Jedoch kann das Mischen der unterschiedlichen Produkte zu physikalisch-chemischen Reaktionen führen und damit die Wirkung der Chemikalien negativ beeinflussen und sogar die Pflanzen vergiften [18]. **Ana Beatriz Dilena Spadoni** von der Universidade Estadual Paulista hat mittels LUMiSizer®-Messungen die Separationsstabilität von verschiedenen

Mischungen von Agrochemikalien untersucht und eine Verbesserung der Stabilität durch die Zugabe von Hilfsstoffen nachgewiesen.

Die Entscheidung fiel der Jury nicht leicht aber am Ende wurde **Lia Beraldo da Silveira Balestrin** zur Gewinnerin des LUM Young Scientist Award 2022 gekürt und hat somit ein Preisgeld in Höhe von 1000 Euro sowie den begehrten YSA-Pokal gewonnen.

Wir freuen uns schon jetzt darauf, Sie zur nächsten Internationalen Konferenz für Dispersionsanalyse und Materialprüfung in 2023 oder 2024 wieder live in Berlin begrüßen zu dürfen.

Gerne nehmen wir bereits jetzt Ihre Bewerbungen als Referent mit Ihrem aktuellen Forschungsthema mit LUM-Geräte-Bezug oder für den LUM Young Scientist Award 2023/2024 für Ihre Abschlussarbeit von 2021 oder jünger per E-Mail via [event\[at\]lum-gmbh.de](mailto:event[at]lum-gmbh.de) entgegen.

Das Datum für die kommende Veranstaltung wird demnächst offiziell bekanntgegeben.

Auf Wunsch nehmen wir Sie gerne in den entsprechenden E-Mail-Verteiler auf, damit Sie keine Informationen mehr zur Internationalen Konferenz für Dispersionsanalyse und Materialprüfung verpassen. Schreiben Sie zu diesem Zweck bitte ebenfalls eine E-Mail an [event\[at\]lum-gmbh.de](mailto:event[at]lum-gmbh.de).

Referenzen:

[1] Abstracts International Conference Dispersion Analysis & Materials Testing 2022, 24-25 January, 2022, www.dispersion-letters.com available online on 25.01.2022 16:37

[2] D. Lerche, S. Horvat, T. Sobisch: Efficient instrument based determination of the Hansen Solubility Parameters for talc-based pigment particles by multisample analytical centrifugation: Zero to One Scoring, Dispersion Letters, 2015, 6, 13-18

[3] S. G. Kumar and L. G. Devi: Review on Modified TiO₂ Photocatalysis under UV/Visible Light: Selected Results and Related Mechanisms on Interfacial Charge Carrier Transfer Dynamics. The Journal of Physical Chemistry A, 2011, 115, 13211–13241.

[4] S. Süß, T. Sobisch, W. Peukert, D. Lerche, D. Segets: Determination of Hansen parameters for particles: A standardized routine based on analytical centrifugation, Adv. Powder Technol., 2018, 29, 1550–1561

[5] C. M. Hansen: Hansen Solubility Parameters: A User's Handbook, ISBN 9780849372483

[6] S. Süß, W. Lin, O. Getmanenko, L. Pflug, T. Sobisch, W. Peukert, D. Lerche, D. Segets: Suspension- and powder-based derivation of Hansen dispersibility parameters for zinc oxide quantum dots, Particology: science and technology of particles Vol. 44 (2019) pp. 71 – 79

[7] E. Antonopoulou, C. F. Rohmann-Shaw, T. C. Sykes, O. J. Cayre, T. N. Hunter, P. K. Jimack: Numerical and experimental analysis of the sedimentation of spherical colloidal suspensions under centrifugal force, Physics of Fluids, 2018, 30, 030702; <https://doi.org/10.1063/1.5010735> available online on 04.02.2022 13:26

[8] Y. Meng: Utilization of xanthan to stabilize water in water emulsions and modulate their viscosity, Carbohydrate Polymers, 2022, 277, 118812.

- [9] S. Usher: Centrifugal Characterisation of Suspensions in Dewatering: Permeability, Compressibility and Elastic Rebound, International Workshop Dispersion Analysis & Materials Testing 2014, Berlin, Germany, 23-24 January 2014, www.dispersion-letters.com available online on 04.02.2022 13:24
- [10] S.J. Skinner, L.J. Studer, D.R. Dixon, P. Hillis, C.A. Rees, R.C. Wall, R.G. Gavalida, S. Usher, A.D. Stickland, P.J. Scales: Quantification of wastewater sludge dewatering, *Water Res.*, 2015, 82, 2-13
- [11] M. J. Uttinger, S. Boldt, S. E. Wawra, T. D. Freiwald, C. Damm, J. Walter, D. Lerche, W. Peukert: New Prospects for Particle Characterization Using Analytical Centrifugation with Sector-Shaped Centerpieces, 2020, 37., 2000108
- [12] J. M. Cohen, J. G. Teeguarden, P. Demokritou: An integrated approach for the in vitro dosimetry of engineered nanomaterials. *Part. Fibre Toxicol.*, 2014, 11, 1-12
- [13] Pressemitteilung, Von der Natur lernen, Ressourcen effektiver nutzen und schädliche Auswirkungen vermeiden: 5 Trendsetter für den LUM Wissenschaftspreis YSA 2022 nominiert, Berlin 14.12.2021, https://www.lum-gmbh.com/files/Presse/Presse%202021/Presse%202021/presseinfo_14_12_21.pdf available online on 25.01.2022 16:41
- [14] L. B. S. Balestrin and W. Loh: Recent Developments on the Elucidation of Colloidal Aspects of Asphaltenes and Their Relevance to Oilfield Problems. *J. Braz. Chem. Soc.* 2020, 31(2), 230-243.
- [15] L. B. S. Balestrin, R.D. Francisco, C. A. Bertran, M. B. Cardoso: Direct Assessment of Inhibitor and Solvent Effects on the Deposition Mechanism of Asphaltenes in a Brazilian Crude Oil. *Energy and Fuels*, 2019, 33, 6, 4748–4757.
- [16] C. Capitain, S. Wagner, J. Hummel, N. Tippkötter: Investigation of C–N Formation Between Catechols and Chitosan for the Formation of a Strong, Novel Adhesive Mimicking Mussel Adhesion. *Waste and Biomass Valorization*, 2021, Vol. 12(4), 1761–1779
- [17] I. M. Meyenborg: A rapid testing method for fatigue in metal additive manufacturing, Bremen, Univ., Master Thesis, 2020, <http://publica.fraunhofer.de/documents/N-606004.html>
- [18] J.F. Della Vechia: Interaction of spirodiclofen with insecticides for the control of in citrus, *Pest Management Science*, 2018, 74, 1-6.