

Liebe Leserinnen und Leser,

diese PARTIKELWELT »SPEZIAL: FORMULATION« reiht sich in die bisherigen Ausgaben der Partikelwelt über Messverfahren aus dem



Gebiet der Partikelmesstechnik ein. Erstmals ist jetzt eine Partikelwelt einem speziellen innovativen Analyseverfahren gewidmet.

Mit den neuen Messgeräten zur Charakterisierung der Stabilität von Emulsionen, Suspensionen und Schäumen stärkt QUANTACHROME seit dem Jahr 2005 den Bereich der Dispersionen. QUANTACHROME-Partikelmesstechnik, das ist die Charakterisierung feinteiliger und poröser Stoffsysteme, wir messen: Partikelgröße, Zetapotenzial und Stabilität, Porengröße, BET-Oberfläche, Dichte, Wasserdampfadsorption u. a.!

Zur Charakterisierung von Dispersionen bieten wir Ihnen nun, neben den CILAS-Lasergranulometern und den Spektrometern von DISPERSION TECHNOLOGY zur Bestimmung von Partikelgröße und Zetapotenzial, weitere innovative optische Messtechnik zur Lösung Ihrer Aufgaben. QUANTACHROME-Partikelmesstechnik steht in Deutschland und Österreich für den französischen Hersteller FORMULATION. FORMULATION, abgeleitet vom Wort »Formulierung«, steht weltweit für die Stabilitätscharakterisierung flüssiger Dispersionen.

Auf Seite 8 finden Sie eine Faxantwort. Damit können Sie weitere Informationen anfordern. www.quantachrome.de oder die Homepage des Geräteherstellers www.FORMULATION.com führen Sie zu Applikationsberichten aus unterschiedlichen Bereichen und zu weiteren Informationen über die Messtechnik. Gerne stehen Ihnen auch unsere Gebietsbetreuer und ich als Produktmanager für die Messgeräte von FORMULATION und DISPERSION TECHNOLOGY zur Verfügung. Mit dieser PARTIKELWELT können Sie hoffentlich gut anhand der für Sie relevanten Aufgabenstellungen abschätzen, wie Ihnen QUANTACHROME Partikelmesstechnik bei der Lösung Ihrer Problemstellungen helfen kann.

Alles Gute für Sie und viel Erfolg bei Ihrer Arbeit,

Torsten Priester

Ihr Dr. Torsten Priester

Untersuchung der Bewertung der Stabilität disperser Systeme

Dr. Torsten Priester, Produktmanager DISPERSION TECHNOLOGY und FORMULATION; Dr. Dietmar Klank

Einleitung

Die Gebrauchseigenschaften mehrphasiger Produkte, wie Emulsionen, Dispersionen, Gele und Schäume werden außer von den Partikeldurchmessern häufig auch durch die Verteilung der Partikel in der sie umgebenden Phase bestimmt. Die Verteilung dispergierter Phasen in einer Matrix spielt eine wesentliche Rolle in Produkten wie Kosmetika, Lebensmitteln, Lacken und Farben, Tinten, Pharmazeutika, Agrochemikalien, Schmierstoffen und vielen Rohstoffen für eben diese Produkte. Wichtige Vorgänge, wie Agglomeration, Sedimentation, Flockung, Rahmung oder Koaleszenz sind daneben wesentlich für den Einsatz der Produkte bzw. für deren Anwendungsverhalten.



Abbildung 1 Die TURBISCAN-Technologie zur Charakterisierung konzentrierter flüssiger Dispersionen

An Emulsionen und feine Feststoffsuspensionen wird die Anforderung gestellt, von der Produktion bis zur Anwendung keine sichtbaren Veränderungen zu zeigen. Dabei kann die Anwendung beim Endkunden eine längere Zeitspanne nach der Produktion liegen; die Produkte müssen also mehr oder weniger langzeitstabil sein. Innerhalb der Lebensdauer oder des Haltbarkeitsdatums darf es zu keinen sichtbaren Veränderungen im Sinne von Partikelgrößenverteilungen oder Phasentrennungen kommen. Die Formulierung solcher Mehrkomponentengemische ist oft komplex und wird meist empirisch durchgeführt. Hierbei werden dann neue Zusatzstoffe in variablen Mengen zudosiert und die neuen Stabilitätseigenschaften der Probe untersucht.

Neben dem Einsatz von Partikelmesstechniken zur Bestimmung von Partikelgrößenverteilungen spielt die Abschätzung der Stabilität der dispersen Systeme eine wesentliche Rolle. Vorteile solcher Untersuchungen sollten vor allem darin liegen, die dispersen Systeme unter originalen Bedingungen zu untersuchen. Dies beinhaltet die **Charakterisierung der Probe in der Originalkonzentration ohne das Einwirken jedweder zusätzlicher Kräfte**. Beides, die Verdünnung der Dispersion und die Einwirkung äußerer Kräfte, führt zur Veränderung der Probe und ist im Rahmen der Einschätzung der originalen Eigenschaften meist unerwünscht, da es zu falschen Rückschlüssen führen kann.

Im Folgenden wird die **neue innovative TURBISCAN-Technologie zur Charakterisierung konzentrierter flüssiger Dispersionen** insbesondere in Bezug auf die Bewertung (*weiter auf S. 2*)

(Fortsetzung von S. 1) von Stabilität bzw. Instabilität der Probe mit den Grundlagen der Messmethode, der Durchführung, den Möglichkeiten und anhand von Ergebnissen dargestellt.

Flüssige Dispersionen

Flüssige Dispersionen bestehen aus mindestens einer flüssigen Phase, die andere Phase kann verschiedene Aggregatzustände aufweisen. Bei den flüssigen Dispersionen unterscheiden wir aufgrund der zwei nichtmischbaren Phasen folgende Dispersionsarten: Emulsion (flüssig/flüssig), Suspension (fest/flüssig) und Schaum (gasförmig/flüssig).

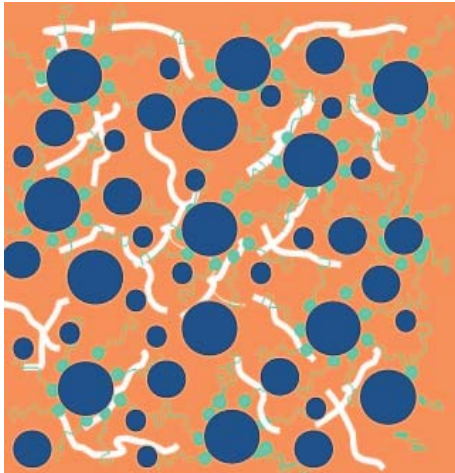


Abbildung 2 Schematische Darstellung einer konzentrierten flüssigen Dispersion (Symbole siehe Text)

Kommerzielle flüssige Dispersionen sind komplexe Produkte, die wir im originalen und natürlichen Zustand, d.h. unter den natürlichen Aufbewahrungsbedingungen, untersuchen und verstehen müssen. Sie setzen sich aus Partikeln, Tröpfchen oder im Falle eines Schaumes auch aus Gasbläschen (blau), Additiven wie Polymeren u.a. (weiß) und Tensiden (türkis) zusammen und sind in der Regel undurchsichtig bzw. getrübt und mehr oder weniger viskos (Abbildung 2). Man kann sich leicht vorstellen, dass nicht alle Rohstoffe bzw. Produkte allein mit einer Messung der Größe von Partikeln, Tröpfchen oder Gasbläschen charakterisiert sind. Dies gilt besonders, wenn durch Verdünnung oder das Einwirken von Kräften, die nichts mit den natürlichen Aufbewahrungsbedingungen und Lagereigenschaften der Proben zu tun haben, das System verändert wird. Abbildung 3 zeigt schematisch, wie zwei unterschiedliche Proben (links) durch Verdünnung zu ein und derselben Probe führen können, wenn man diese nur über die Partikelgrößenmessung charakterisieren möchte. Aus zwei unterschiedlichen Proben werden in diesem Fall durch Verdünnung zwei nicht unterscheidbare Proben.

Abbildung 4 verdeutlicht die Fragestellung zwischen Dispergierzustand und der Partikelgröße. Die Stabilität der dargestellten Probenbeispiele hängt nicht nur von der Partikelgröße ab, die im Beispiel konstant ist, sondern von einer ganzen Reihe anderer Faktoren, wie Dichte der Partikel und Konzentration und Zusammensetzung der Mehrkomponentengemische.

Die Firma **FORMULACTION**, wo die TURBISCAN-Messtechnik entwickelt wurde, ist in der Nähe von Toulouse in Frankreich ansässig und wurde 1994 gegründet.

FORMULACTION ist spezialisiert auf instrumentelle Analytik. Die innovativen Messgeräte sind auf den Bereich Formulierungen und Untersuchung der Stabilität flüssiger Dispersionen gerichtet. Hunderte Gerätenutzer weltweit nutzen die Innovationskraft dieser optischen Messtechnik. Große Namen, wie L'Oréal oder Merck, Kodak oder Coca Cola, Toshiba, Shell oder Schering sprechen genauso für sich, wie die vielen mittelständischen Unternehmen. Auch die unterschiedlichsten Anwendungsbereiche, wie Lebensmittel, Kosmetik, Pharmazie, Farben und Pigmente, Öle und Erdöl, Agrochemikalien und allgemein chemische Forschung, verschiedenste Rohstoffe und Zwischenprodukte, Polymere, Slurries und universitäre Forschungsgebiete, die uns gar nicht immer bekannt sind, verdeutlichen die Notwendigkeit dieser Messtechnik für unterschiedlichste Bereiche in Forschung und Qualitätssicherung.



In unserer Zentrale in Odelzhausen: Gerard Meunier (3.v.r., Firmengründer und Geschäftsführer von FORMULACTION), Pascal Bru (2.v.r., internat. Verkauf) und Hélène Buron (2.v.l., Applikation) als Vertreter von FORMULACTION; Dr. Torsten Priester als Produktmanager (1.v.r.) und die Geschäftsführer Karl-Jürgen Rath (3.v.l.) und Dr. Dietmar Klank (1.v.l.) als Vertreter der QUANTACHROME GmbH.

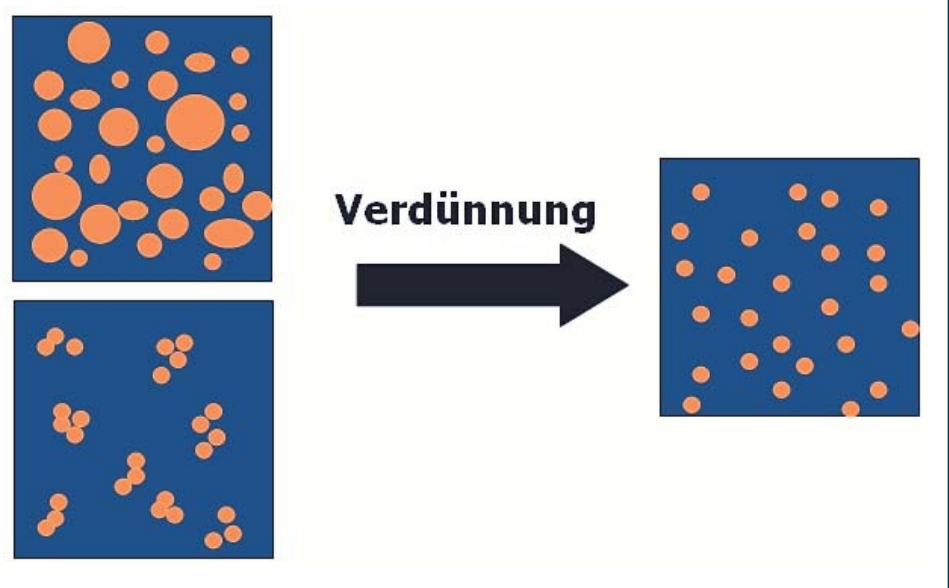


Abbildung 3 Schematische Darstellung für die Problematik der Probenverdünnung

Charakterisierung von Dispersionen

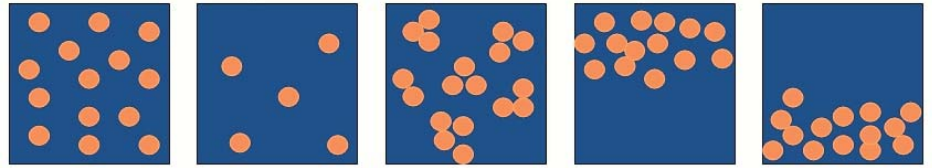
Der Nachweis von Stabilität bzw. Instabilität wird meist noch visuell in zeitaufwendigen Lagerversuchen erbracht. Auf die Nachteile dieser visuellen Methode wird später eingegangen

und mit der innovativen TURBISCAN-Messtechnik die echte Alternative vorgestellt. Andere Möglichkeiten könnten sich auch aus den Standardmethoden zur Bestimmung von Partikelgrößen ergeben.

Partikelgrößenmesstechnik, so wie sie von QUANTACHROME Partikelmesstechnik auch mit hochqualitativer CILAS-Laserbeugungsmesstechnik angeboten wird (s. Faxantwort), gestattet z.B. außerordentlich wichtige Untersuchungen in Bezug auf die Partikelgröße und Partikelgrößenverteilung vieler Rohstoffe und Produkte in Forschung und Qualitätssicherung. Die Vorteile von CILAS-Lasergranulometern finden Sie auf dieser Seite dargestellt.

Trotz der aus der hochwertigen CILAS-Messtechnik resultierenden Möglichkeiten haben derartige Untersuchungen für Stabilitätsvorhersagen jedoch den Nachteil, in stark verdünnten Medien arbeiten zu müssen (meist unterhalb 1 Vol.-%). Nur so wird bei der Methode der Laserbeugung zur Partikelgrößenanalyse die primäre Lichtbeugung oder Lichtstreuung am Partikel oder Tröpfchen sichtbar. Durch Ver-

Ist eine Partikelgrößenmessung ausreichend um den Dispersionszustand einer flüssigen Dispersion zu beschreiben?



- **Alle diese Flüssigdispersionen haben die gleiche Partikelgröße!**
- **Haben sie aber auch die gleichen Nutzungseigenschaften?**

Abbildung 4 Partikelgröße und Dispergierzustand

Vorteile von CILAS-Messtechnik zur Partikelgrößenanalyse mittels Laserbeugung



- ... Partikelgrößenbestimmung nach ISO 13320
- ... Laserbeugung basierend auf den Theorien nach Fraunhofer und Mie
- ... unterschiedliche Messbereiche von **0,04 - 2.500 µm**
- ... Nass- und Trockenmessung im Gerät integriert (ohne jeglichen Umbau)
- ... **kurze optische Bank, dadurch sehr robust und keine optische Justierung notwendig**
- ... ein durchgehender Messbereich, kein Linsenwechsel
- ... **exzellente Probendispergierung** mit ausgefeiltem Design von Rühr- und Pumpsystem
- ... sehr einfach zu bedienende deutschsprachige WINDOWS-Software
- ... Messprogramme lassen sich als SOP (Standard Operating Procedure) abspeichern
- ... unterschiedliche Benutzerebenen

Optionen

- ... 21 CFR Part 11 Version der Software für die Pharmaindustrie
- ... Kleinvolumeneinheit für geringe Probenmengen
- ... Autosampler für bis zu 28 Proben
- ... Videomikroskop und CCD-Kamera zur Bestimmung der Partikelform
- ... Online-Dispergiermittelaufbereitung z.B. für Messungen in Isopropanol in der Baustoffindustrie



Vorteile der Messtechnik von Dispersion Technology zur Partikelgrößenanalyse und Zetapotentialbestimmung von konzentrierten Stoffsystemen



- ... Umfassende und flexible **Charakterisierung konzentrierter Suspensionen und Emulsionen:**
- ... **Akustische Spektroskopie zur Partikelgrößenbestimmung**
- ... Breiter Größenbereich von 0.005 bis 1000 µm, da Messung bis 100 MHz
- ... **Elektroakustik zur Bestimmung des Zetapotenzials**
- ... Messung des Zetapotenzials mittels einer Sonde
 - Einfach zu nutzen wie eine pH-Elektrode, einfachste Reinigung
 - kurze Messzeiten
- ... schnelle Titrations (Zetapotenzial gegen pH oder Additiv-Zugabe)
 - gezielte Optimierung der Formulierung
- ... Keine Verdünnung nötig, Konzentration bis zu 50 Vol.-%
 - **Vermessung der Originalprobe!!**
 - keine Verfälschung des Zetapotenzials durch Wechsel des Mediums!
 - keine Beeinflussung von Agglomeraten durch Verdünnung!
- ... Partikelgrößenbestimmung auch bei gemischt dispersen Systemen
- ... Messungen auch in nichtwässrigen Systemen, gilt auch für das Zetapotenzial!
- ... **On-line und Laboranwendungen möglich!**
- ... verschiedene Gerätemodelle, **das DT-1200 vereinigt beide Messverfahren zur Bestimmung von Partikelgröße und Zetapotenzial in einem Messgerät**



dünnung, insbesondere wenn weitere Stabilisatoren zugeführt werden, wird das Produkt meist so verändert, dass keine, falsche oder sehr fragwürdige Rückschlüsse auf das originale Produkt gezogen werden können.

Es gibt bereits QUANTACHROME-Partikelmesstechnik mit der in konzentrierten Medien gearbeitet werden kann. Für die Bestimmung von Partikelgrößen und deren Verteilungen steht die akustische Spektrometrie zur Verfügung (Ultraschall wird auf die Probe gegeben und aus dessen Abschwächung die Partikelgrößenverteilung berechnet). Mit der elektroakustischen Spektrometrie kann das Zetapotenzial bestimmt werden (Hier wird ebenfalls Ultraschall auf die Probe gegeben. Dieser induziert den kolloidalen Vibrationsstrom, aus dem das Zetapotenzial berechnet wird.). Für viele disperse Systeme ist das Zetapotenzial ein wichtiger Parameter zur Bewertung der Ladungseigenschaften der Oberflächen insbesondere sehr kleiner Partikel. **Das akustische und elektroakustische Spektrometer DT-1200 von DISPERSION TECHNOLOGY (DT) ermöglicht die Anwendung beider Messverfahren und somit die parallele Messung von Partikelgröße und Zetapotenzial- auch diese Produktgruppe gehört zur QUANTACHROME Partikelmesstechnik. Die Vorzüge der Spektrometer von Dispersion Technology finden Sie auf Seite 3 dargestellt.**

Trotz dieser Möglichkeiten in Bezug auf Partikelgrößen- und Zetapotenzialbestimmungen mittels CILAS- und DT-Messtechnik steht oftmals die Aufgabenstellung, komplexe Mehrkomponentensysteme unter originalen Bedingungen zeitabhängig zu untersuchen. Denn was bedeuten Partikelgrößen und Zetapotenzial in Mehrkomponentengemischen, in denen Partikel einzeln, agglomeriert oder vernetzt auftreten können? Zumindest werden meist zusätzliche Untersuchungen zur Stabilität der Formulierung benötigt, um die Langzeiteigenschaften bewerten zu können.

Visuelle Untersuchungen

Eine einfache und die noch gebräuchlichste Untersuchung ist das Einfüllen von Proben in ein zylindrisches Gefäß und die Beobachtung der Proben über lange Zeiträume mit dem bloßen Auge. Diese phänomenologische Beurteilung dauert manchmal außerordentlich lange. Auch bei der Beschleunigung der Destabilisierung der Proben z.B. durch Temperaturzyklen bleiben wesentliche Nachteile: Der Zeitfaktor bleibt durch die geringe Auflösung des menschlichen Auges ungünstig. Es bleibt eine signifikante Ungenauigkeit, die auch vom Beobachter abhängt und damit nicht immer einzuschätzen ist. Es ist nicht auszuschließen, dass verschiedene Beobachter die Stabilität mit dieser Methode sehr unterschiedlich beurteilen.

Diese Nachteile werden mit der jetzt zur Verfügung stehenden Messtechnik ausgeschlossen bzw. wesentlich reduziert. Mit dem

TURBISCAN-Prinzip gibt es eine innovative Messmethode, die sowohl transparente als auch opake Medien in Originalzusammensetzung und -konzentration orts aufgelöst charakterisiert. Dabei wird die Messzeit gegenüber der visuellen Methode meist um das 20- bis 50-fache reduziert, die Sicherheit wesentlich erhöht und Messdaten sowie daraus resultierende Informationen gewonnen, wie sie durch eine reine visuelle Beobachtung nicht zu erhalten sind.

Das TURBISCAN-Prinzip: Zeitabhängige und orts aufgelöste Untersuchungen originaler Dispersionen und Emulsionen mittels Transmission und Rückstreuung

Zum ersten Mal steht mit der TURBISCAN-Messtechnik eine Analyseverfahren zur Verfügung, mit der an transparenten (lichtdurchlässigen) und an opaken (lichtundurchlässigen) Medien in Originalzusammensetzung und Originalkonzentration der Dispergierzustand der Produkte, die Stabilität und der Trübungsgrad orts- und zeitaufgelöst bestimmt werden können. Das Messprinzip beruht auf der gleichzeitigen Bestimmung von Transmission und Rückstreuung von IR-Licht mit einer Wellenlänge von 850 nm. Dringt genügend Licht durch die Probe, dann kann die Auswertung der Transmission erfolgen. Viele Proben lassen aber nicht ausreichend Licht hindurch oder die Schichtdicke der Probe muss möglicherweise so dünn sein, dass Wandeffekte die Aussagen drastisch beeinflussen können. Genau dies ist der Grund für die gleichzeitige Messung der Lichtrückstreuung durch den TURBISCAN. Damit können Standardmesszellen mit einigen Zentimetern Durchmesser verwendet werden, in denen die Vorgänge ungestört durch zusätzliche Kräfte und signifikante Wandeffekte ablaufen und analysiert werden können.

Die Detektion der zeitlichen Veränderungen durch wiederholtes Abscannen der Messzelle

erfolgt durch Messungen der Lichttransmission und Lichtrückstreuung, wobei die Basis dieser Messmethode durch einen Unterschied im Brechungsindex zwischen der Matrix und dem dispergierten Medium gegeben ist. Tritt eine Phasenseparation auf, so verändert sich die Konzentration der dispergierten Phase örtlich und damit die Transmission oder/und Rückstreuung in Abhängigkeit von der Höhe im Lagerungsgefäß. Das Messprinzip beruht auf der Ermittlung der Intensität der Transmission und Rückstreuung im Verhältnis zur Intensität des eingestrahelten Lichtes.

Wie kann man sich das praktisch vorstellen? Emulgierte Fetttropfchen in Emulsionen, fein verteilte Feststoffpartikel in Suspensionen oder Gasblasen in Schäumen beeinflussen die Transmission und Lichtrückstreuung sehr stark, da sich die Brechungsindices dieser dispergierten Phasen vom Brechungsindex der Matrixflüssigkeit deutlich unterscheiden. Durch Zusammenlagerung von Fetttropfchen, Agglomeration der Feststoffpartikel mit anschließender Sedimentation, dem Austreten von Gasblasen aus der Flüssigkeit und anderen Veränderungen, wird an bestimmten Orten einer Messzelle eine zeitabhängige Veränderung des durchgehenden Lichtes (Transmission) oder/ und des rückgestreuten Lichtes (Rückstreuung) auftreten, die vom Messgerät erfasst wird. Die Messung des TURBISCAN erfolgt hierbei in genau definierten Höhen im Lagerungsgefäß (Abbildung 5); die Auflösung beträgt 40 µm!

Durch die unterschiedlichen Brechungsindices der Phasengrenzen bzw. der dispergierten Objekte (Partikel, Tröpfchen, Gasblasen) erfolgt eine Wechselwirkung (Streuung und Beugung) der Photonen. Wie viel Licht durch die Probe hindurchgeht und wie viel Licht zurückgestreut wird, ist abhängig von den Streuprozessen in der Probe und diese wiederum von Konzentration und Partikelgröße. Der Zustand dieser Dispersionen kann mit einem einzigen physikalischen Parameter charakteri-

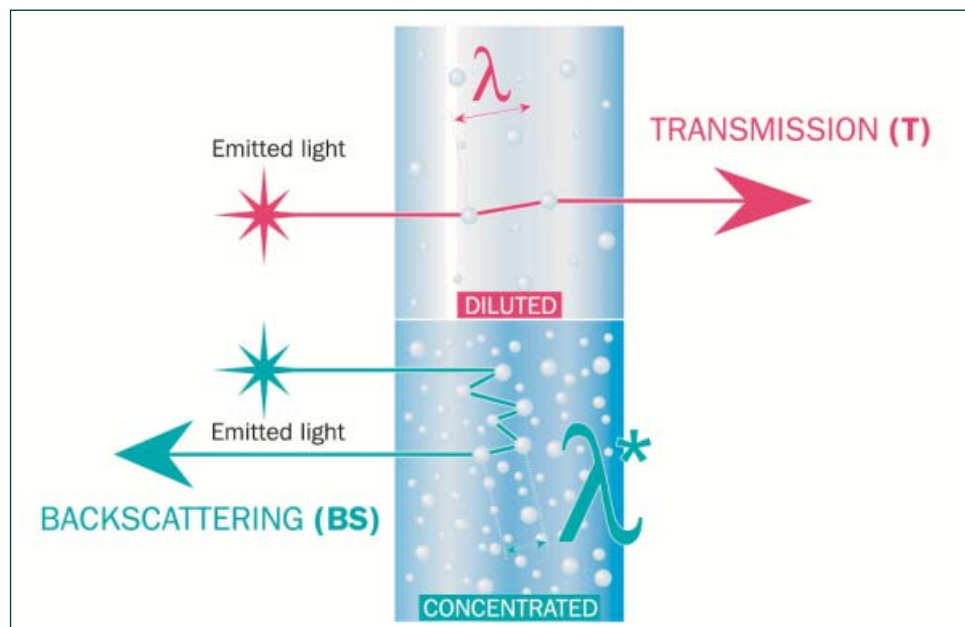


Abbildung 5 Das TURBISCAN-Prinzip: Optisches Abtastverfahren des TURBISCAN in Transmission (durchgehendes Licht) und Backscattering (rückgestreutes Licht)

siert werden. Dieser Parameter, die mittlere freie Weglänge der Photonen λ entspricht dem Weg der Photonen zwischen zwei Streuprozessen. Mit der Volumenkonzentration und der Streufunktion nach MIE kann aus der Rückstreuung bzw. Transmission nicht absorbierender Proben der Parameter λ bzw. λ^* und damit der mittlere Teilchendurchmesser berechnet werden. Damit werden die vielfältigen Möglichkeiten des TURBISCAN-Messprinzips bzgl. der Ergebnisaussagen deutlich. Als Parameter können u.a bestimmt werden:

- mittlere Teilchengröße d (bei nicht absorbierenden Proben),
- Homogenitätzahl als Parameter für das homogene Erscheinungsbild,
- Entmischungsgeschwindigkeit,
- Agglomerations- oder Koaleszenzgeschwindigkeit,
- Trübungswert, der nach einer bestimmten Beobachtungszeit Auskunft über das Vorhandensein von feinen Partikeln gibt,
- die mittlere freie Weglänge der Photonen λ als physikalisch charakterisierender Parameter für den dispersen Zustand.

Im Falle der Transmission wird die freie Weglänge λ und im Falle der Rückstreuung λ^* verringert. Je größer die Anzahl der dispergierten Teilchen, desto kleiner ist die freie Weglänge und desto geringer sind die Intensitäten der Transmission. Bei konstanter Massenkonzentration ist die freie Weglänge umso kleiner, je kleiner der Partikeldurchmesser d ist. Bei der Intensität der Rückstreuung ist es umgekehrt. Je größer die Anzahl der dispergierten Teilchen und je kleiner ihr Durchmesser d (bei konstanter Massenkonzentration) ist, umso größer ist die Rückstreuung.

Mit λ und λ^* stehen Parameter zur Beschreibung und Quantifizierung der Zusammensetzung ϕ des Produktes und des Durchmessers d der dispergierten Phase zur Verfügung. Bei einem Produkt-Scale-Up müssen λ oder λ^* , in Abhängigkeit von Lichtdurchlässigkeit oder Undurchlässigkeit, im Labor, im Technikum und in der Produktion identisch sein.

Anwendungsbeispiele und Ergebnisse des TURBISCAN

Vorgestellt werden Ergebnisse, welche die Möglichkeiten des TURBISCAN bei der Erfassung der Zeitabhängigkeit von Prozessen verdeutlichen. **Wesentliche Phänomene, die auf der Basis von Konzentrations- und/oder Partikelgrößenveränderungen ablaufen und durch das TURBISCAN-Messprinzip erfasst werden können, sind:**

- Flockung
- Sedimentation
- Rahmbildung (Creaming)
- Gelbildung
- Koaleszenz.

Wie lassen sich TURBISCAN-Messergebnisse verstehen? Die folgende Abbildung ver-

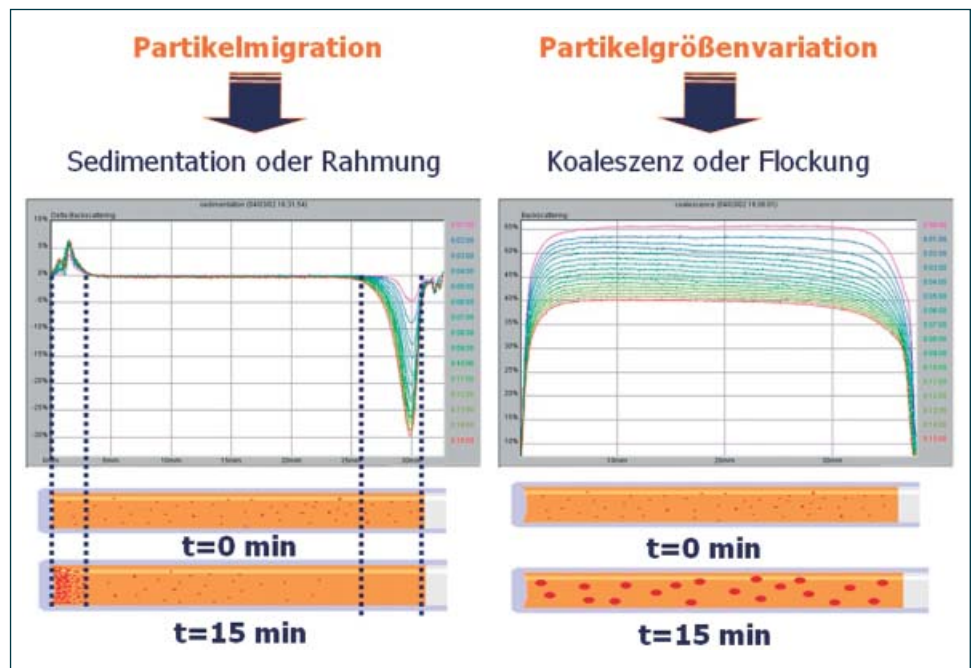


Abbildung 6 Effekte der Partikelmigration und Partikelgrößenvariation

deutlich das Messprinzip anhand der Vorgänge in der Messzelle und den zugehörigen Messergebnissen.

Phänomene der Partikelgrößenänderung in der Messzelle präsentieren sich sehr verschieden von Migrationsphänomenen. Partikelmigration (Abb. 6) bedeutet Wanderung der Partikel nach oben (Rahmung bzw. engl. Creaming) oder unten (Sedimentation). Bei der Partikelgrößenvariation (Abb. 6) lagern sich kleinere zu größeren Partikeln zusammen, ohne dass Phasentrennung erfolgt. Natürlich können Partikelmigration und Partikelgrößenvariation parallel auftreten. Es kann z.B. auch zu einer Zusammenlagerung von kleinen Partikeln (Partikelgrößenvariation) kommen mit anschließender Sedimentation.

Im unteren Teil der Abb. 6 sieht man die im Messgerät natürlich senkrecht stehenden Messzellen schematisch waagrecht dargestellt (links ist jeweils der Messzellenboden). Bei der Sedimentation in Abb. 6 links entsteht ein Bereich in der Messzelle, wo nach 15 Minuten keine Partikel mehr vorhanden sind. Die Rückstreuung nimmt in diesem Bereich sehr stark ab. Im mittleren Messzellenbereich liegen die Partikel in ursprünglicher Konzentration vor, so dass dort keine Änderung der Rückstreuung erfolgt. Am Messzellenboden sammeln sich mehr und mehr Partikel infolge Sedimentation, so dass die Rückstreuung zunimmt. Sowohl oben als auch unten in der Messzelle ergeben sich durch die Verdünnungs- bzw. Aufkonzentrierungseffekte deutliche Veränderungen in den optischen Eigenschaften, welche vom TURBISCAN durch Messung der Rückstreuung (Backscattering) detektiert wird.

In Abb. 6 rechts erkennt man in der schematischen Darstellung, dass sich kleine Partikel zeitabhängig zu größeren zusammenlagern. Dadurch ergeben sich fast über den ganzen Messzellenbereich Änderungen in den optischen Eigenschaften, welche sich mit dem TURBISCAN hervorragend auflösen lassen.

Auch in trüben Dispersionen sind Effekte der Partikelgrößenvariation im originalen Dispersionszustand durch ort- und zeitaufgelöste Lichtrückstreuung zu erfassen.

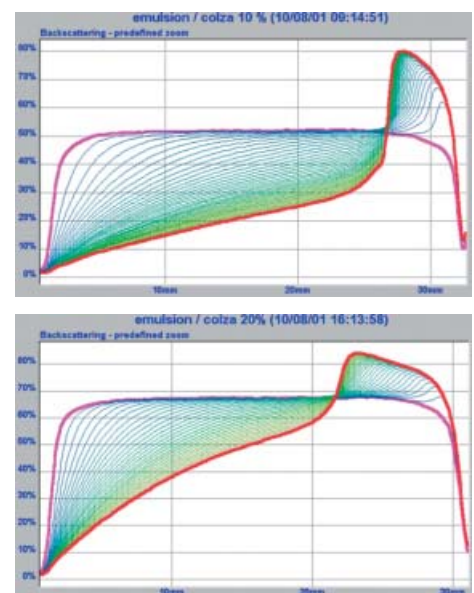


Abbildung 7 Zeitabhängigkeit der Lichtrückstreuung zweier Emulsionen

Abbildung 7 verdeutlicht an einem Beispiel die Zeitabhängigkeiten der Rahmung (Creaming) von zwei unterschiedlichen Emulsionen, wobei sich deutliche Unterschiede in Abhängigkeit von der Konzentration zeigen. Die Konzentration der Emulsion in Abb. 7 oben ist 10%, die der Emulsion in Abb. 7 unten 20%. Dargestellt sind die Zeitabhängigkeiten der Lichtrückstreuung, da beide Emulsionen opak, d.h. lichtundurchlässig, sind. Solche Proben können nicht mittels Transmission vermessen werden, zumindest nicht in diesen Originalkonzentrationen. **Die Erfassung der Rückstreuung ist für viele trübe Dispersionen eine Grundvoraussetzung an das Messgerät!** Bei den zwei Emulsionen in Abb. 7 erkennt man zwar ähnliche Effekte, jedoch unterschiedlich stark ausgeprägt. Die jeweils rechts wachsenden Peaks, die Änderungen im o-

ren Teil der Messzelle darstellen, kennzeichnen den Prozess der Rahmung (Creaming). Die Rückstreuung steigt zeitabhängig an, da sich die Konzentration der dispergierten Phase oben in der Messzelle erhöht. Die Öltröpfchen in der Emulsion steigen nach oben und lagern sich als Schicht zusammen. Im jeweils linken, d.h. im unteren Bereich der Messzelle sinkt die Rückstreuung. Hier kommt es wegen der Partikelverarmung in diesem Bereich zu einem zeitabhängigen Absinken der Rückstreuung.

Abbildung 8 zeigt die Zeitabhängigkeiten der Rahmung von Milch mit unterschiedlichen Fettgehalten, rot jeweils die Milch mit dem höheren Fettgehalt dargestellt. Aus Abb. 8 (Figure 3) sind die Unterschiede zwischen den Kurven des differentiellen Anstiegs der Lichtrückstreuung an einem Messpunkt der Messzelle zu erkennen. Aus Abb. 8 (Figure 4) geht hervor, wie deutlich die Differenzen zwischen den Rahmungsgeschwindigkeiten beider Proben sind.

Stabilitätsmessgeräte nach dem Turbiscan-Prinzip

Aus den Messergebnissen gehen die vielfältigen Möglichkeiten des TURBISCAN für die Charakterisierung von Proben aus den unterschiedlichsten Bereichen von Forschung und Entwicklung und Qualitätssicherung hervor. Hierbei stellen sich natürlich in Abhängigkeit

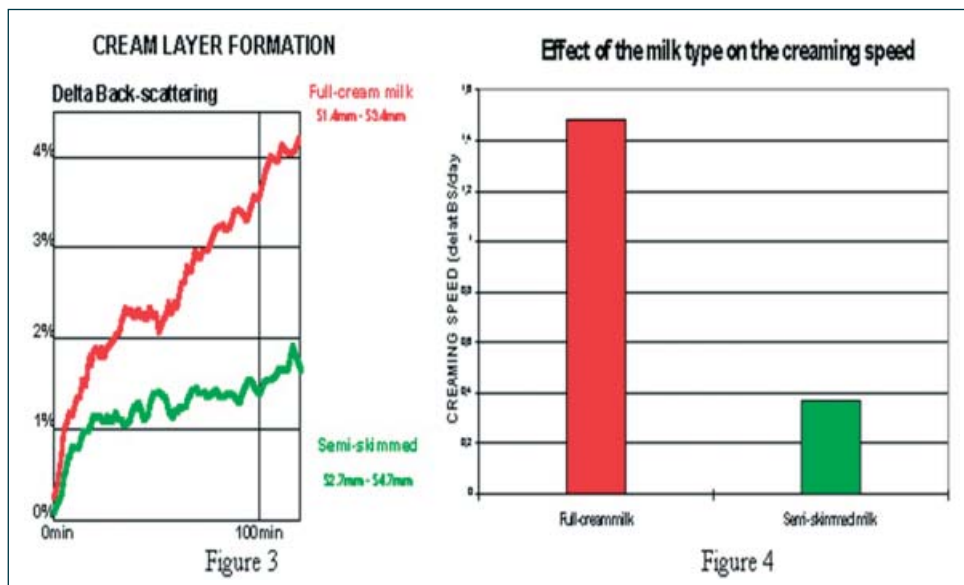


Abbildung 8 Rahmung von Milch mit unterschiedlichen Fettgehalten

von den Probenarten oder dem Probendurchsatz unterschiedliche Anforderungen an die Messtechnik. Vielen Erfordernissen kann bereits über die softwaregesteuerten Messabläufe Rechnung getragen werden. So reicht es für einfache Qualitätssicherungsanwendungen teilweise aus, kinetische Untersuchungen nur an wenigen Stellen der Messzelle zu verfolgen, anstatt hochauflösende Messungen über den gesamten Messbereich durchzuführen. Als Reaktion auf diese unterschiedlichen Erforder-

nisse wurden von FORMULACTION neben den Softwareoptionen zur Variabilität von Messungen mehrere TURBISCAN-Versionen entwickelt. Diese reichen von der einfachsten Geräteversion (TURBISCAN CLASSIC) über die thermostatisierte Standard-Messtechnik (TURBISCAN LAB) bis zu Messsystemen mit thermostatisierter und vollautomatischer Probenlagerungs- und Probenzuführungseinheit (TURBISCAN AGS) oder die on-line-Version (TURBISCAN ON LINE).

TURBISCAN LAB

Der TURBISCAN LAB ist das Standardgerät für Laboruntersuchungen zur **Langzeitsstabilitäts- und Alterungsanalyse** von flüssigen Dispersionen. Es ermöglicht sowohl den schnellen Fingerprint mit der Messung an einem einzigen Punkt der Messzelle als auch hochaufgelöste Messungen, bei denen aller 40 µm Transmission und Rückstreuung erfasst werden. Die Bestimmung des Dispersionszustandes λ^* erfolgt ohne jede Änderung des Originalzustandes des Produktes. Mit der Version **Turbiscan Lab Expert** kann thermostatisiert bis zu 60°C die (Langzeit)Stabilität konzentrierter Dispersionen einschließlich einer quantitativen Destabilisierungskinetik erfasst werden.



TURBISCAN CLASSIC MA 2000

Der TURBISCAN CLASSIC gestattet einen Einblick in die Instabilitätstrends von Dispersionen. Er ist prädestiniert für ein schnelles und objektives Probenscreening bzgl. des **Kurzzeit-Stabilitätsverhaltens**.

TURBISCAN ON LINE

Der TURBISCAN ON LINE offeriert die Möglichkeit, in Realzeit die physikalischen Parameter mittlerer Partikeldurchmesser und Volumenkonzentration zu erfassen. Damit können on-line die Effekte der Änderung der Prozessbedingungen, wie Rührgeschwindigkeit, Druck, Temperatur, pH-Wert oder Tensidzugabe, detektiert werden.

TURBISCAN AGS

TURBISCAN AGS ist die vollautomatische Screening- und Kontrollstation für Formulierungen. Er integriert den TURBISCAN LAB mit einem Probenroboter mit drei thermostatisierten Blöcken für die Probenaufbewahrung. Mit dem Messsystem ist die automatische Durchführung von Alterungstests der Proben möglich. **Probenzuführung, Messung und Probenrückführung in die Aufbewahrungsstation erfolgen vollautomatisch ohne Nutzereingriff** – gegebenenfalls 24 Stunden am Tag und 7 Tage in der Woche.



Zusammenfassung

Sowohl in Forschung und Entwicklung als auch in der Qualitätssicherung steht mit der TURBISCAN®-Messtechnik eine leistungsfähige Analysetechnik zur objektiven Beurteilung der Stabilität disperser Systeme zur Verfügung. Die Intensität der Rückstreuung/Transmission bzw. λ^* sind charakteristische Werte für das Produkt. Die Messungen erfolgen orts- und zeitaufgelöst. Die komfortablen Softwareoptionen gestatten die Bestimmung der Kinetik einer Flockung/Koaleszenz als Abhängigkeit des mittleren Partikeldurchmessers d von der Zeit, der Sedimentationsgeschwindigkeit oder das Wandern der Phasenfronten als Abhängigkeit des Ortes, d.h. der Höhe h , von der Zeit t zu ermitteln. Die örtliche Auflösung des TURBISCAN beträgt 40 µm. Wenn man nur einen Teil der Messzelle abscaant, lassen sich zeitnah auch kleinste Veränderungen sichtbar machen. Hierdurch können quantitative Kinetikbetrachtungen vorgenommen werden, um unterschiedliche Produkte auf einfache Weise zu vergleichen.



QUANTACHROME Partikelmesstechnik

ist spätestens seit 1990, als die QUANTACHROME GmbH gegründet wurde, ein bekannter Name auf dem Gebiet der Charakterisierung feinteiliger und poröser Feststoffe. Seit der Gründung im Jahr 1990 durch den damaligen und heutigen Geschäftsführer Karl-Jürgen Rath besteht ein enger Kontakt zu QUANTACHROME in den USA, wo seit Jahrzehnten Messgeräte für Oberflächen- und Porenanalytik entwickelt und produziert werden. Inzwischen sind wir in unseren Verkaufsgebieten exklusiv und sehr erfolgreich für den **Vertrieb und die Betreuung von Analysemessgeräten der Hersteller QUANTACHROME (USA), CILAS (Frankreich), DISPERSION TECHNOLOGY (USA) und seit Anfang 2005 auch für FORMULACTION (Frankreich)** zuständig. Mit der neuen Produktlinie FORMULACTION, d.h. der Charakterisierung der Stabilität von Emulsionen, Suspensionen und Schäumen, ergibt sich für uns eine noch stärkere Verbindung zur Charakterisierung von Flüssig-Flüssig-Dispersionen. Die neue innovative optische Messtechnik hat ein Hauptanwendungsgebiet im Bereich der Charakterisierung von Emulsionen. Mit der stärkeren Verbindung der Analysemöglichkeiten für feinteilige und poröse Feststoffe und dem Gebiet der Flüssig-Flüssig-Dispersionen (Emulsionen) **steht QUANTACHROME Partikelmesstechnik allgemein für die die Charakterisierung feinteiliger und poröser Stoffsysteme!**

Odelzhausen ist direkt an der A 8 zwischen München und Augsburg gelegen. Aus den Fenstern unserer Zentrale (s. Foto), mit unseren Büros, der Serviceabteilung und dem Applikationslabor sind bei klarem Wetter in der Ferne die Alpen zu sehen. Das **Applikationslabor** steht Ihnen bei uns für Gerätevorführungen sowie exakte und normgerechte Test- und Auftragsanalytik auf allen Gerätetrecken zur Verfügung. **Ein Großteil Ihrer Test- und Auftragsmessungen wird von Dipl.-Ing. (FH) Helmut Gronegger durchgeführt.**

Seit 2004 wird die QUANTACHROME GmbH von zwei Geschäftsführern geleitet. **Neben dem Firmengründer und Geschäftsführer Karl-Jürgen Rath ist Dr. Dietmar Klank ebenfalls als Geschäftsführer tätig.** In seinen Händen liegen außerdem das Marketing und die Produktgruppe QUANTACHROME zur exakten Oberflächen und Porenanalyse von feinteiligen und porösen Feststoffen.

Die Produktgruppe CILAS, mit den exzellenten justierfreien Lasergranulometern zur Korngrößenanalyse, wird von Steffen Hering geleitet. CILAS-Technik zur Partikelgrößenanalyse gehört mit hunderten Messgeräten in Deutschland, Österreich und der Schweiz zur anerkanntesten Messtechnik auf diesem Gebiet.

Dr. Torsten Priester betreut die Produktgruppen DISPERSION TECHNOLOGY und FORMULACTION. Als promovierter Kolloidchemiker ist er der Hauptansprechpartner für die vielen Anwender der auf dem Markt führenden DT-Spektrometer zur Partikelgrößen- und Zetapotenzialbestimmung konzentrierter Stoffsysteme. Mit der Produktstrecke FORMULACTION wurde sein Fachgebiet mit einer weiteren Methode zur Untersuchung von Suspensionen und Emulsionen unter originalen Lagerungsbedingungen erweitert.

Partikelwelt

Bisherige Ausgaben der Partikelwelt sind von unserer Homepage unter dem Punkt »PARTIKELWELT« als pdf-Files herunterzuladen. Die jeweils neueste Ausgabe kann durch ein Kreuz auf der beiliegenden Faxantwort oder über bei uns bestellt werden, so dass sie zukünftig kostenlos zugeschickt wird.



Wesentliche Grundlage für zufriedene Kunden ist seit Gründung der QUANTACHROME GmbH unsere **Serviceabteilung. Unter der langjährig bewährten Führung unseres Serviceleiters Gerd Scharschuh sind insgesamt 6 Servicetechniker in unserem Verkaufsgebiet tätig.** Drei davon arbeiten von unserer Zentrale in Odelzhausen aus, die anderen drei komplettieren das Serviceteam in den Außenbüros in Düsseldorf, Diez und Leipzig.

Die Basis der QUANTACHROME GmbH ist der Verkauf von Analysemessgeräten. Hierzu gehört eine sehr gute Betreuung von Interessenten und Kunden, damit die Zufriedenheit beiderseitig und langfristig ist. Insgesamt 5 Verkaufsgebiete mit den Gebietsbetreuern sorgen dafür, dass Sie auch kurzfristig bei uns einen kompetenten Ansprechpartner für die Lösung Ihrer Applikation finden. Zwei der Verkaufsgebiete werden von unseren Büros in Diez und Leipzig betreut.

Komplettiert wird das Team durch unsere Mitarbeiterinnen, die verschiedene Aufgabenbereiche, wie Angebots-, Auftrags-, Rechnungswesen und Buchhaltung bearbeiten. Von vielen Anrufern hochgelobt, werden auch Sie von Ihnen freundlich betreut und an den für Ihre Fragestellung kompetenten Ansprechpartner weitergeleitet.

PARTIKELWELT

Aktuelle Fachbeiträge der QUANTACHROME GmbH, FORMULACTION, März 2005
 Rudolf-Diesel-Straße 12, 85235 Odelzhausen,
 Telefon +49 8134-9324-0, Telefax +49 8134-9324-25,
 www.quantachrome.de
 Redaktion: Dr. Dietmar Klank,
 Abbildungen: QUANTACHROME GmbH,
 Redaktionsschluss: 09. Februar 2005

Bitte senden Sie mir kostenlos und regelmäßig die Partikelwelt

Bitte senden Sie mir zusätzlich Informationen zu folgenden Themen:

Stabilitätsanalyse von Emulsionen, Suspensionen, Schäumen

Zetapotenzial in konzentrierten Suspensionen und Dispersionen

Partikelgrößenanalyse: **0,04 – 2500 μm Laserbeugung**

Nanometerbereich ($> 5 \text{ nm}$) auch in hohen Originalkonzentrationen, ohne Verdünnung

Porenanalyse: **Gasadsorption ($d = 0,3 - 400 \text{ nm}$)**

Quecksilberporosimetrie ($d = 3,6 \text{ nm} - 950 \mu\text{m}$)

BET-Oberfläche **Dichte von Feststoffen**

Wasserdampfsorption **Chemisorption, TPD, TPR, TPO**

Probenteilung (auch sehr kleiner Probenmengen)

Bitte senden Sie mir Informationen zur **QUANTACHROME-Auftragsanalytik und Methodenentwicklung**

Ich habe Interesse an einem Weiterbildungskurs »**Formulierungen und Stabilitätscharakterisierung**«, bitte senden Sie Informationen

Bitte senden Sie mir **Informationen zu den Weiterbildungsveranstaltungen** von QUANTACHROME-Partikelmesstechnik

Name, Vorname, Titel

Firma, Abteilung

Straße, Nr.

PLZ, Ort

Telefon

Telefax

E-Mail

Datum, Unterschrift