

Einsatzmöglichkeiten der Ultraschallstehwellenzerstäubung in der
Lackiertechnik –
Vergleich der Tropfengrößeverteilungen mit pneumatischer, hydrau-
lischer und Hochrotationszerstäubung

Der Fakultät für Naturwissenschaften
Department Chemie
der Universität Paderborn

zur Erlangung des Grades eines
Doktors der Naturwissenschaften
Dr. rer. nat.

vorgelegte Dissertation
von
Diplom-Chemiker
Jörn Vestweber

1. Gutachter Prof. Dr. A. Goldschmidt
2. Gutachter Prof. Dr. H.-J. Warnecke

Paderborn 2004

Danksagung

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. Artur Goldschmidt, der die Durchführung dieser Dissertation erst ermöglichte und betreute.

Herrn Prof. Dr. Hans-Joachim Warnecke danke ich für sein Engagement im Projekt und die Übernahme des Korreferates.

Für die finanzielle Unterstützung bedanke ich mich bei der Fa. *Volkswagen AG*, insbesondere bei Herrn Dr. F. W. Behrens sowie bei der Fa. *UCB Chemicals*, insbesondere bei Herrn Dr. Luc Moens und Frau Dr. Nele Knoops.

Herrn Dipl.-Chem.-Ing. Martin Samusch danke ich für die konstruktiven Anmerkungen zur experimentellen Durchführung. Ihm, Herrn Dipl.-Chem. Jörg Muhle und Herrn PD Dr. Dieter Bothe sei für die kritische durchsicht des schriftlichen Teils gedankt.

Bei Herrn Dr. Jürgen Nolte (Fa. *Dürr AG*) bedanke ich mich für die Bereitstellung des Hochrotationszerstäubers sowie der fachlichen Unterstützung.

Herrn Klaus Reiß (Fa. *Graco*) danke ich für die materielle Unterstützung zur experimentellen Durchführung der hydraulischen Zerstäubung.

Herrn Dr. Oliver Reipschläger danke ich für die gute Zusammenarbeit im Projekt.

Für die Durchführung unzähliger Messreihen zur Partikelgrößenbestimmung der untersuchten konventionellen Zerstäubungstechniken danke ich Herrn Dr. Michael Top.

Bei allen Mitarbeitern des Fachgebietes Chemie und Technologie der Beschichtungsstoffe, insbesondere bei Frau Martina Müller, Herrn Georg Bastwöste, Herrn Bastian Krauss und Herrn Markus Lubig bedanke ich mich für das angenehme Arbeitsklima sowie die hilfsbereite Unterstützung während der durchgeführten Forschungsarbeiten.

Meiner Freundin Martina danke ich für die mentale Unterstützung, Motivation und ihr Verständnis während der Fertigstellung meiner Dissertation.

Meiner Familie

Inhaltsverzeichnis

SYMBOL- / ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS	III
ZUSAMMENFASSUNG	V
1 EINLEITUNG	1
2 PROBLEM- UND AUFGABENSTELLUNG	4
3 STAND DES WISSENS.....	7
3.1 GRUNDLAGEN DER ZERSTÄUBUNG	7
3.2 ANGEWANDTE ZERSTÄUBUNGSTECHNIKEN.....	10
3.2.1 <i>Pneumatische Zerstäubung</i>	10
3.2.2 <i>Hydraulische Zerstäubung</i>	12
3.2.3 <i>Hochrotationszerstäubung</i>	15
3.3 AKTUELLER STAND DER ULTRASCHALLSTEHWELLENZERSTÄUBUNG.....	18
3.3.1 <i>Physikalische Grundlagen von Schall und Ultraschall</i>	19
3.3.2 <i>Charakteristische Kenngrößen des Ultraschalls</i>	19
3.3.3 <i>Grundgleichungen zur Beschreibung des Schalls</i>	21
3.3.4 <i>Entstehung stehender Wellen</i>	22
3.3.4.1 Interferenz zweier Wellen	22
3.3.4.2 Zwei Schallquellen mit und ohne Frequenzunterschied	23
3.3.4.3 Einflussgrößen auf den Schallwechseldruck	26
3.4 GRUNDLAGEN ZUR TEILCHENGRÖBENBESTIMMUNG.....	29
3.4.1 <i>Allgemeine Theorie der Laserlichtbeugung</i>	29
3.5 GRUNDLAGEN ZUR CHARAKTERISIERUNG VON PARTIKELGRÖBENVERTEILUNGEN.....	32
3.5.1 <i>Darstellung von Partikelgrößenverteilungen</i>	32
3.5.2 <i>RRSB-Verteilungsfunktion</i>	34
3.5.3 <i>Charakteristische Kennwerte von Teilchengrößenanalysen</i>	35
3.5.3.1 Durchschnittliche Partikeldurchmesser	35
3.5.3.2 Charakteristische Äquivalentdurchmesser	36
3.5.3.3 Kennwerte zur Verteilungsbreite	37
4 EXPERIMENTELLER TEIL.....	39
4.1 ULTRASCHALLSTEHWELLENZERSTÄUBUNG.....	39
4.1.1 <i>Erzeugung des Ultraschallstehwellenfeldes</i>	39
4.1.1.1 Temperatureinfluss auf die Swingerfrequenz	41
4.1.1.2 Einfluss der Betriebsdauer auf die Swingerfrequenz	42
4.1.2 <i>Mechanismus der USZ</i>	43
4.1.2.1 Interferometrische Schallfelduntersuchungen	43
4.1.2.2 Untersuchung der kontinuierlichen USZ von Fluiden	46

4.1.3	<i>Ultraschallstehwellenzerstäubung diverser Polymerlösungen</i>	54
4.1.3.1	Desintegration im Ultraschallstehwellenfeld ohne elektrostatischer Unterstützung	54
4.1.3.2	Ultraschallstehwellenzertäubung mit elektrostatischer Unterstützung	93
4.1.4	<i>USZ von Polymerschmelzen</i>	103
4.1.4.1	Anlage und Methode	103
4.1.4.2	Ergebnisse	105
4.2	ALTERNATIVE ZERSTÄUBUNGSTECHNOLOGIEN.....	111
4.2.1	<i>Vergleich zwischen pneumatischer Zerstäubung und USZ</i>	111
4.2.1.1	Anlage und Methode	111
4.2.1.2	Ergebnisse – USZ und pneumatische Zerstäubung im Vergleich	112
4.2.2	<i>Vergleich zwischen hydraulischer Zerstäubung und USZ</i>	118
4.2.2.1	Anlage und Methode	118
4.2.2.2	Ergebnisse – Vergleich USZ mit hydraulischer Zerstäubung.....	119
4.2.3	<i>Vergleich zwischen Hochrotationszerstäubung und USZ</i>	124
4.2.3.1	Anlage und Methode	124
4.2.3.2	Ergebnisse – Vergleich USZ mit Hochrotationszerstäubung.....	125
5	DISKUSSION DER ERGEBNISSE	131
6	AUSBLICK	133
7	ANHANG	135
7.1	GERÄTELISTE.....	135
7.2	LISTE UND DATEN DER FILMBILDNER.....	140
8	LITERATUR	145

Symbol- /Abkürzungsverzeichnis

Symbol	Bedeutung	Einheit
φ	Elongation	[μm]
φ_{max}	maximale Amplitude	[μm]
c	Schallgeschwindigkeit	[$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$]
T	Temperatur	[K]
R	Gaskonstante	[$\text{JK}^{-1}\text{mol}^{-1}$]
κ	Adiabatenexponent	[$-$]
k	Wellenzahl	[m^{-1}]
λ	Wellenlänge	[m]
ω	Kreisfrequenz	[s^{-1}]
f	Frequenz	[Hz]
f_s	Schwebungsfrequenz	[Hz]
T_s	Schwebungsdauer	[s]
t	Zeit	[s]
u	Schallschnelle	[$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$]
u_{max}	maximale Schallschnelle	[$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$]
p	Schallwechseldruck	[bar]
p_{max}	maximaler Schallwechseldruck	[bar]
ρ	Dichte	[$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]
\bar{E}	Energiedichte	[$\text{kg}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$]
I	Intensität	[W \cdot m $^{-2}$]
L	Länge	[m]
Δ	Laplace-Operator	[$-$]
x, y, z	Koordinaten	[$-$]
k_1, k_2	Konstante	[$-$]
p_{eff}	effektiver Schallwechseldruck	[bar]
p_0	Umgebungsdruck	[bar]
A	max. Schwingungsamplitude	[μm]
N_K^*	Knotenzahl	[$-$]
p_{eff}^*	eff. Schallwechseldruck bezogen auf den Umgebungsdruck	[$-$]
Z	normierte Schallimpedanz des Gases bezogen auf die Schallimpedanz der Luft unter Normalbedingung	[$-$]
A^*	Schwingungsamplitude der Sonotroden bezogen auf eine 100 μm Amplitude	[$-$]
f^*	Schwingungsfrequenz bezogen auf 20 kHz	[$-$]
p_b	Bernoulli-Sog	[bar]
p_S	Schallstrahlungsdruck	[bar]
p_i	innerer Druck des Fluids	[bar]
S_K	Kalottentiefe	[m]
x_s	Sonotrodenabstand	[m]
α	relativer Anstellwinkel	[$^\circ$]
$q(d)$	Verteilungsdichte	[$-$]
$Q(d)$	Verteilungssumme	[$-$]
$d_{10,3}$	Durchmesser Klassenobergrenze bei Durchgangssumme =10%	[μm]
$d_{50,3}$	Medianwert	[μm]

Symbol	Bedeutung	Einheit
$d_{3,2}$	Sauter-Durchmesser	[µm]
d_{max}	maximaler Tropfendurchmesser	[µm]
Δ	relative Verteilungsbreite	[-]
δ	Dispersionsindex	[-]
a, i, j, k, r	Indices	[-]
n	Streuparameter	[-]
d, d'	Teilchendurchmesser, Lageparameter	[m]
α	Mie-Parameter	[-]
θ	Streuwinkel	[°]
m	komplexer Brechungsindex	[-]
r	Teilchenradius	[m]
J_1	Besselfunktion 1. Art und Ordnung	[-]
We	Weberzahl	[-]
Re	Reynoldszahl	[-]
d	Durchmesser	[m]
d_D	Düsendurchmesser	[m]
D	Zerstäuberdurchmesser	[m]
N	Drehzahl	[s ⁻¹]
\dot{m}_{Lack}	Massenstrom (Lack)	[g·min ⁻¹]
η	Viskosität	[Pa·s]
σ	Oberflächenspannung	[N·m ⁻¹]
σ_L	Oberflächenspannung des Fluids	[N·m ⁻¹]
σ'_L	effektive Oberflächenspannung des Fluids	[N·m ⁻¹]
ε_L	Oberflächenladungsdichte	[J·m ⁻³]

Abkürzungen:

USZ	Ultraschallstehwellenzerstäubung
PGV	Partikelgrößenverteilung
BDGA	Butyldiglycoalacetat, {IUPAC: [2-(2-Butoxyethoxy)-ethyl]-acetat}

Zusammenfassung

Gegenstand der vorliegenden Arbeit ist die Ultraschallstehwellenzerstäubung von hochviskosen Fluiden zu feinen Partikeln. Hierzu wurden vergleichend die Tropfengrößen mit der pneumatischen und hydraulischen Zerstäubung sowie der Hochrotationszerstäubung analysiert.

Zu Beginn der Untersuchungen wurden mittels eines *Mach-Zehnder-Interferometers* und der Hochgeschwindigkeits-Blitzlichtfotographie neue Erkenntnisse bezüglich des Mechanismus der USZ gewonnen. So haben kleinere Störkörper keinen nennenswerten Einfluss auf das quasistationäre Ultraschallstehwellenfeld. Erst größere Lamellen führen zu einer verstärkten Schallabsorption und zum Verlassen des gewünschten Zerstäubungsmechanismus. Da unter diesen Bedingungen die Lamelle erst außerhalb des optimalen Zerstäubungspunktes desintegriert, ist eine sprunghafte Änderung der Partikelgrößenverteilung zu größeren Teilchen zu verzeichnen.

Insgesamt gesehen haben die folgenden Veränderungen:

- Erhöhung der Fluidgeschwindigkeit (Massen- bzw. Volumenstrom)
- Erhöhung der Viskosität
- Geringere Schallwechseldruckamplituden (Schwingungsamplitude)

eine negative Auswirkung auf die Zerstäubung bzw. den Zerfallmechanismus. Hinsichtlich der Einflüsse von der Oberflächenspannung und Dichte sind die Abhängigkeiten marginal und für die durchgeführten Untersuchungen ohne Bedeutung.

Die Phänomene der auftretenden Ultraschallwinde und des Rücksprühens führen zu einer verstärkten Verschmutzung der Sonotrodenstirnflächen und daher zur Bildung von Fehlpartikeln. Der optimale Resonanzabstand des Stehwellenfeldes wird im Wesentlichen von der Temperatur beeinflusst. Aufgrund der auftretenden Nichtlinearitäten bei der USZ werden die Sonotrodenabstände empirisch über die Partikelgrößenverteilung bestimmt.

Die Verwendung von Lenkluft hat einen Einfluss auf die Zerstäubungsgüte respektive Partikelgrößenverteilung. Dabei spielt die Auslegung der Lenkluft sowie die Luftmenge und Luftgeschwindigkeit eine wichtige Rolle. Besonders bei der Desintegration geringer Fluidmengen ist die Gestaltung der Düse (Düsenumfang und –größe) ein wichtiges Kriterium, das bei höheren Massenströmen in den Hintergrund rückt.

Für die Düsenposition und die Einstellung verschiedener Anstellwinkel zwischen den gegenüberliegenden Sonotroden gibt es gewisse Toleranzbereiche, die keine wesentlichen Auswirkungen auf die Zerstäubung haben.

Die Frequenzzunahme mit der Betriebsdauer durch eine Temperaturänderung ist für beide Swinger nahezu identisch. Daher bleibt die Schwebungsfrequenz während des Desintegrationsprozesses konstant.

Schwingersysteme mit Schwebungsfrequenzen kleiner 100 Hz sind für die USZ aufgrund eines Pulsieren des sich ausbildenden Sprays von Nachteil. Hohe Frequenzdifferenzen hingegen ändern die Partikelgrößenverteilung nicht merklich.

Eine Verringerung des Schallwechseldrucks durch Variation des Resonanzabstandes oder der Schwingungsamplitude führt zu einer Erhöhung des $d_{50,3}$ -Wertes, wobei beide Größen sich genau gegenläufig verhalten.

Der größte Vorteil bei der USZ in einem 5-Knotenfeld gegenüber einem 3-Knotenfeld ist die Bildung von geringeren Mengen an Fehlteilchen. Jedoch ist unter diesen Bedingungen die Verwendbarkeit der für die Experimente eingesetzten USZ-Anlage mit Massenströmen größer 100 bis 150 g/min bei einer gleichzeitigen Viskosität von etwa 500 mPa·s noch nicht gegeben. Vor allem der maximale Tropfendurchmesser wird durch eine Steigerung der Viskosität und des Massenstroms negativ beeinflusst. Derzeit kann nicht abgeschätzt werden, inwieweit dieses Ergebnis von der Sonotrodenverschmutzung überlagert wird.

Nach Überschreiten eines sog. kritischen Massenstroms bzw. Unterschreiten einer sog. Mindestamplitude ändert sich der Zerfallmechanismus für die USZ und ein sprunghafter Anstieg der Medianwerte ist festzustellen.

Besondere Beachtung ist den verwendeten Lösemitteln zu schenken, da sich durch eine Lösemittelverflüchtigung das rheologische Verhalten bereits während des Desintegrationsprozesses ändert. Dadurch verschiebt sich die Partikelgrößenverteilung zu größeren Tropfen.

Durch Installation einer elektrostatisch unterstützten USZ-Anlage wird die Sonotrodenverschmutzung reduziert. Durch diese modifizierte Verfahrensweise wird auch der Prozess der Partikelbildung positiv beeinflusst. Ein erleichterter Sekundärzerfall der gebildeten Fäden sowie eine elektrostatische Stabilisierung der gebildeten Teilchen gegen eine Koaleszenz sind als Ursachen zu nennen.

Die untersuchten Polymerlösungen und –schmelzen zeigen ein ähnliches Desintegrationsverhalten im Ultraschallfeld, so dass die durch die USZ von Polymerlösungen gewonnenen Erkenntnisse auf die Beurteilung von Schmelzen durchaus übertragbar sind.

Die Zerstäubung von Polymerschmelzen zeigte, dass mittels der USZ niedrigschmelzende semikristalline Lackharze für Pulverlacke hergestellt werden können. Dadurch besteht prinzipiell die Möglichkeit, die Pulverlackiertechnik auch für thermolabile Substrate wie z.B. Holz und Kunststoffe anzuwenden.

Vergleichsuntersuchungen zwischen der USZ und den konventionellen Zerstäubungstechniken (pneumatische und hydraulische Zerstäubung sowie Hochrotationszerstäubung) wurden durchgeführt, um die für die Zerstäubung hochviskoser Materialien effektivste Technik zu finden.

Sowohl die hydraulische Zerstäubung als auch die Hochrotationszerstäubung sind mögliche Alternativen zur USZ von hochviskosen Materialien und daher auch prinzipiell zur Herstellung von Pulverlacken anwendbar. Dabei ist die hydraulische Zerstäubung für Fluide mit Viskositäten von bis zu 500 mPa·s und die Hochrotationszerstäubung sogar bis weit über diesen Wert hinaus sehr gut geeignet.

Neben den genannten Zerstäubungstechniken stellt die pneumatische Zerstäubung sicherlich eine weitere Alternative dar. Allerdings werden hiermit vergleichsweise große Tropfen und breite Partikelgrößenverteilungen erzeugt.

Fazit der durchgeführten Untersuchungen ist, dass die USZ bezüglich der Massendurchsätze mit den in der Lackierindustrie üblichen konventionellen Zerstäubungstechniken nicht in Konkurrenz treten kann. Nur bei relativ niedrigen Massenströmen von 50 bis 150 g/min können hochviskose Polymerlösungen und –schmelzen mit Hilfe der USZ auf eine für die Praxis relevante Feinheit desintegriert werden.

1 Einleitung

Eine der wichtigsten Grundoperationen in der Verfahrenstechnik ist die Herstellung von Partikeln durch Zerkleinerung von Feststoffen und Zerstäuben von Fluiden. Diese verfahrenstechnischen Prozesse sind energetisch sehr aufwendig. Allein das Zementfeinmahlen benötigt heute annähernd 2 % der Weltelektroenergieerzeugung [2].

Auch in der Lackiertechnik spielen Zerstäubungsprozesse eine wichtige Rolle. Durch Zerstäuben von Beschichtungsstoffen werden diverse Wirtschaftsgüter beschichtet, nicht nur um sie optisch zu verschönern, sondern um sie vor allem vor Umwelteinflüssen zu schützen. Allerdings fallen während der Lackapplikation hohe Abfall- beziehungsweise Emissionsmengen an, so dass die Lackiertechnik in besonderem Maße von der Umweltschutzgesetzgebung betroffen ist. Neben den Belastungen der Umwelt entstehen auch erhebliche Entsorgungskosten. In der Bundesrepublik Deutschland fallen jährlich 250.000 – 300.000 t Lackschlämme und 350.000 – 400.000 t flüchtige organische Verbindungen an. Diese Abfälle und Emissionen können nur zu einem geringen Anteil in den Werkstoffkreislauf zurückgeführt werden. Bei der Strategie zur Minderung der Umweltprobleme steht die Entwicklung emissionsarmer, festkörperreicher Lacksysteme im Vordergrund. Als umweltschonende Lacke werden derzeit High-Solid-Lacke, Elektrotauch- und Wasserlacke, Dispersionslacke und Pulverlacke eingesetzt.

Pulverlacke sind feste und lösemittelfreie Systeme. Somit sind sie bei entsprechender Auslegung der Vernetzungsschemie emissionsfrei und wegen der problemlosen Rückgewinnung der am Lackierobjekt vorbeigesprühten Pulverteilchen auch abfallfrei. Da die Pulverlacktechnologie zudem zu keiner Abwasserproblematik führt, kann sie derzeit als das umweltfreundlichste Lackierverfahren angesehen werden.

Nach heutiger Herstellungstechnologie (vgl. Abb. 1.1) werden Pulverlacke durch Mahltechnik erzeugt. Zunächst werden die Rohstoffe entsprechend ihrer Rezeptur physikalisch vormischt, um sie dann in einem Extruder zu einem homogenen Gemisch zu dispergieren. Die Schmelze wird anschließend in Schichten gewalzt und nach dem Abkühlen zu Chips gebrochen. Durch den nachfolgenden Zerkleinerungsprozess mittels spezieller Mühlen und dem Sichtprozess zur Steuerung der Partikelgrößenverteilung werden Pulverlacke mit mittleren Korngrößen von etwa 30 – 40 µm hergestellt.

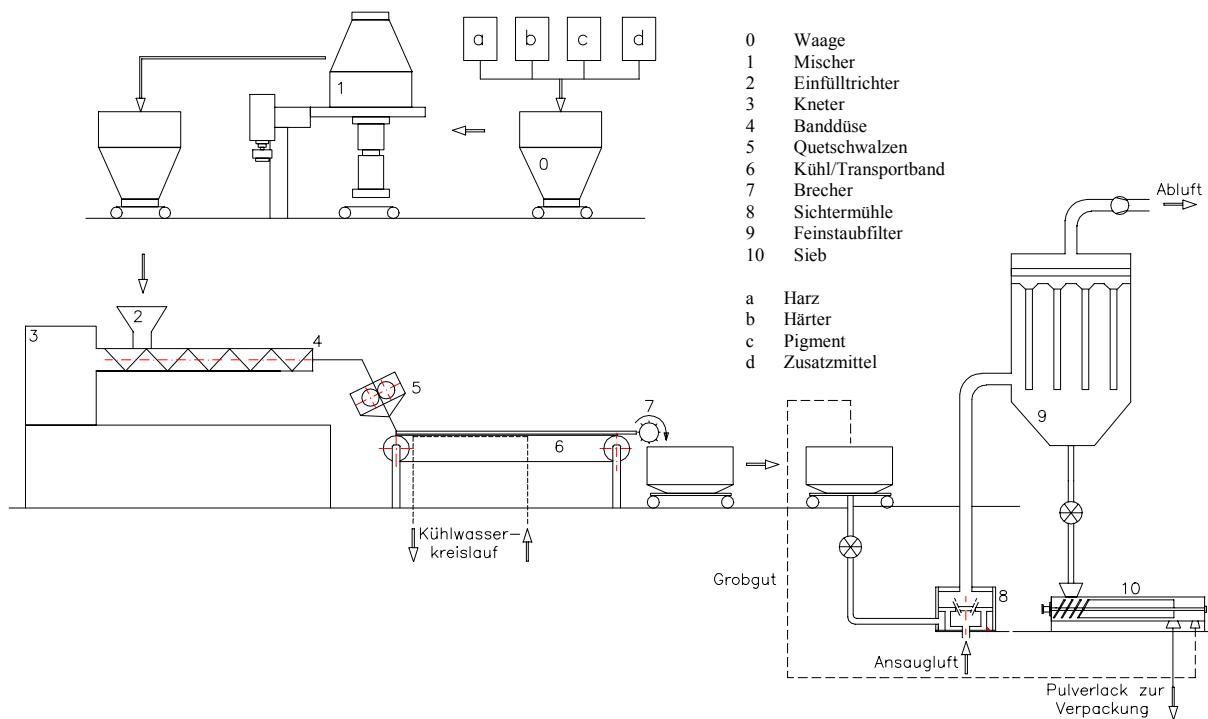


Abb. 1.1 Schematische Darstellung zur konventionellen Pulverlackherstellung

Aus ökonomischer und ökologischer Sicht besitzt der Herstellungsprozess einige Schwächen. Hierunter fällt vor allem der hohe Energiebedarf für die Extrusion und im besonderen Maße für den Mahlprozess. Auch der Aufwand für die Konditionierung der notwendigen Transportluft für den Mahl- und Sichtprozess muss berücksichtigt werden. Der anfallende Feinkornanteil (ca. 10%) verursacht doppelte Kosten. Zum einen entstehen Materialverluste und zum anderen Entsorgungskosten. Ein weiterer Nachteil ist, dass die zerkleinerten Partikeln unregelmäßig geformt sind und scharfe Bruchkanten aufweisen, wodurch die Lagerstabilität und die Verarbeitungseigenschaften der Pulverlacke beeinflusst werden.

Die größten Absatzgebiete für Pulverlacke liegen seit vielen Jahren in den Bereichen Stahlmöbel, Haushaltsgeräte, Innenausbau und Fassaden. Allerdings sind die Produktionsmengen in den letzten Jahren eher stagnierend. Um neue Anwendungsgebiete für Pulverlacke erschließen bzw. bekannte Absatzmärkte intensivieren zu können (z. B. Autoserienlackierung, Automobilzulieferindustrie, Holz- und Kunststoffbeschichtung, Coil-Coating, etc.), müssen die relativ hohen Schichtdicken und Einbrenntemperaturen reduziert werden. Daher muss das Primärziel in einer Optimierung der Pulverlacke bezüglich der Verlaufseigenschaften bei gleichzeitiger Schichtdickenreduzierung liegen.

Das größte Potential, um das angestrebte Ziel zu erreichen, wird in der Verbesserung des Pulverlackmaterials in Bezug auf die Korngröße, Korngrößenverteilung und der Partikelmorphologie gesehen. Ein Lösungsansatz bietet die Ultraschall-Stehwellen-Zerstäubungs-Technik

(USZ-Technik). Analog zum konventionellen Herstellungsverfahren werden die Rohstoffe eingewogen, gemischt und extrudiert. Nach der Extrusion gelangt die homogenisierte Schmelze direkt in das Ultraschallfeld, wo die Desintegration zu sphärischen Pulverpartikeln stattfindet. Durch diese modifizierte Herstellungstechnik können im Vergleich zur konventionellen Herstellungstechnik die Verfahrensschritte Walzen, Kühlen, Vorbrechen und der aus energetischer Sicht unwirtschaftliche Mahlprozess ersetzt werden. Das bedeutet nicht nur eine Einsparung an Energie, sondern auch an Investitionsmitteln. Außerdem erhält man sphärische Pulverlackpartikeln, die Vorteile bezüglich ihrer Applikationseigenschaften besitzen [87]. Diese sind im Wesentlichen eine verbesserte Rieselfähigkeit, Fluidisierbarkeit und Aufladbarkeit. Von Nachteil ist, dass derzeit nur relativ geringe Massendurchsätze realisiert werden können.

2 Problem- und Aufgabenstellung

Die Pulverlacktechnologie ist heutzutage eine etablierte Beschichtungstechnik, die bereits in den 60er Jahren eingeführt wurde. Als Folge ihrer besonderen Umweltverträglichkeit hatte sie bis Anfang der 90er Jahre überdurchschnittliche Zuwachsraten zu verzeichnen. Allerdings sind die Produktionsmengen in den letzten Jahren eher stagnierend. Als Gründe können die für die Beschichtung benötigten hohen Einbrenntemperaturen und Schichtdicken angeführt werden.

Um neue Anwendungsfelder wie z.B. die Beschichtung von Holz und Kunststoffen erschließen zu können, ist die Entwicklung neuer Materialien mit niedrigen Glasübergangstemperaturen (z.B. semikristalline Rohstoffe) und/oder eine Verbesserung des Pulverlackmaterials in Bezug auf die Korngröße, Korngrößenverteilung und Partikelmorphologie notwendig. Aber gerade die Herstellung semikristalliner Pulverlacke mit einer möglichst feinen und engen Partikelgrößenverteilung ist durch die konventionelle Mahltechnik nur bedingt möglich. Deshalb werden in diversen Forschungsarbeiten alternative Methoden zur Pulverlackherstellung diskutiert.

Zu erwähnen ist beispielsweise das VAMP-Verfahren [88], dass von der Fa. *Ferro Corporation* in den 90er Jahren entwickelt wurde. Bei diesem diskontinuierlichen Prozess handelt es sich im Prinzip um eine Sprühtrocknung mit der „Prozessflüssigkeit“ Kohlendioxid. Die Rohstoffe werden in einem Autoklaven mit Kohlendioxid beaufschlagt und durch Erhöhung der Temperatur wird ein so hoher Druck aufgebaut, dass sich das Kohlendioxid im sog. „überkritischen Zustand“ befindet. Dadurch entwickelt das Kohlendioxid Lösemitteleigenschaften. Nach dem Dispergiervorgang bei etwa 220 bar und 70 °C wird die homogene Mischung zum Pulverlack versprüht.

Ein ähnliches Verfahren ist das sog. CPCSP-Verfahren [89, 90]. Hierbei handelt es sich um einen kontinuierlichen Herstellungsprozess, bei dem Kohlendioxid unter einem Druck von 60-250 bar teilweise in der Schmelze der Rohstoffe gelöst wird. Die so gebildete „Lösung“ wird unmittelbar danach mit einer Düse in einem Sprühturm versprüht. Während der Desintegration gefrieren die Tropfen aufgrund des expandierenden Gases zu feinen Pulverlackpartikeln.

Durch diese Techniken können prinzipiell sphärische Pulverlackpartikel hergestellt werden, die bereits oben erwähnte Vorteile besitzen. Nachteilig ist jedoch der apparative Aufbau. Dieser ist relativ aufwendig und kostspielig. Zudem entstehen durch den schnellen Expansions-

prozess Lufteinschlüsse in den erstarren Teilchen, die sicherlich für eine Verlaufsverbesserung nicht gewünscht sind.

Schwerpunkt der vorliegenden Arbeit ist, weitere Methoden zur Pulverlackherstellung vorzuschlagen. Die USZ stellt dabei eine interessante Alternative dar. Mit dieser Technik werden Polymerschmelzen in einem Ultraschallfeld zu sphärischen Pulverlacken zerstäubt. Von besonderem Vorteil ist der geringe apparative Aufwand, wodurch kostspielige Verfahrensschritte und Energie eingespart werden können. Allerdings ist nach derzeitigem Stand die USZ-Technik auf relativ geringe Massendurchsätze begrenzt. Daher ist abzuwegen, inwieweit etablierte Zerstäubungsmethoden in der Lackiertechnik, die pneumatische und hydraulische Zerstäubung sowie die Hochrotationszerstäubung, auf eine derartige Aufgabenstellung angewandt werden können. Bisher liegen allerdings nur Ergebnisse für lösemittelhaltige niedrigviskose Stoffe vor. Lediglich für die Hochrotationszerstäubung wurden erste Versuche zur Zerstäubung von Polymerschmelzen durchgeführt [91].

Grundsätzlich sind die üblichen Zerstäubungsmethoden auf die Möglichkeit der Partikelbildung durch Desintegration von hochviskosen Polymerschmelzen noch nicht vergleichend untersucht worden.

Zu Beginn der vorliegenden Arbeit wird der aktuelle Wissensstand der untersuchten Zerstäubungstechniken vorgestellt. Im Brennpunkt der Untersuchung steht eine vergleichende Beurteilung zwischen der USZ, der pneumatischen und hydraulischen Zerstäubung sowie der Hochrotationszerstäubung. An weniger hochviskosen Testflüssigkeiten sollen dabei zunächst ohne Erwärmen die Variablen der Zerstäubbarkeit gefunden und ihre Sensitivität auf die Partikelbildung bestimmt werden. Im Vordergrund dabei steht den Einfluss der Viskosität als limitierende Größe für die Zerstäubbarkeit zu untersuchen.

Zur Beurteilung der Möglichkeiten der untersuchten Zerstäubungstechniken zur Herstellung von Pulverlacken durch Zerstäuben aus der flüssigen Phase dient die Messung der Partikelgrößenverteilung in Abhängigkeit von den Herstellbedingungen. Die Partikelgrößenverteilung ist eine äußerst wichtige Kenngröße für die technische Umsetzung, da von dieser die Oberflächeneigenschaften einer Beschichtung maßgeblich abhängig sind. Je nach Teilchengrößenverteilung zeigt die Primärstruktur der Beschichtung nach der Applikation mehr oder weniger starke Unebenheiten. Diese können während der Verlaufsphase nicht immer ausreichend ausgeglichen werden [3]. Neben dem Medianwert ist auch der maximale Teilchendurchmesser eine wichtige Einflussgröße, da gerade große Partikeln zu Fehlbeschichtungen führen können.

Anhand der USZ von Polymerschmelzen wird abgeklärt, ob die gemessenen Partikelgrößenverteilungen mit denen der Polymerlösungszerstäubung korrelieren. Verwendet wird dazu ein konventionelles Epoxidharz. Zudem wird die Zerstäubung niedrigschmelzender semikristalliner Harze untersucht.

Zur Überprüfung der USZ als Applikationstechnik für hochviskose Fluide bzw. Pulverlackschmelzen wird der Betrieb der USZ-Anlage elektrostatisch unterstützt. Der Schwerpunkt bei dieser Untersuchung liegt darin, den Einfluss elektrostatischer Kräfte auf den Desintegrationsprozess der USZ zu bestimmen. Allgemein dient diese Betriebsweise in der Lackiertechnik der Reduzierung von Materialverlust, um ökonomischen und ökologischen Aspekten gerecht zu werden.

3 Stand des Wissens

3.1 Grundlagen der Zerstäubung

Die Zerteilung bzw. Desintegration von Fluiden erfolgt durch zahlreiche unterschiedliche Prozesse [41, 48]. In Tabelle 3.1 sind einige der gebräuchlichen Zerstäubungsmethoden aufgeführt.

Tabelle 3.1 Wichtige Methoden der Zerstäubung.

Typ	Zerstäuberprinzip	Anwendung
Einstoffdüsen	Hydraulische Zerstäubung (mit voll-, hohl-, flach- oder kegelförmigem Strahl)	Einspritzdüsen für Verbrennungsvorgänge, Lösch- und Kühldüsen, Sprühtrocknung, Spraydosen, Lackierung, Gaswäscher, Luftbefeuchtung, Schädlingsbekämpfung
Zweistoffdüsen	Pneumatische Zerstäubung (mit interner oder externer Mischung)	Einspritzdüsen für Verbrennungsvorgänge, Lösch- und Kühldüsen, Sprühtrocknung, Lackierung, Gaswäscher, Elektrofilter, Luftbefeuchtung
Rotation	Rotierende Scheiben, Glocken etc.	Sprühtrocknung, Landwirtschaft, Medizin, Lackierung
Ultraschall	Ultraschall-Gas-Zerstäubung, Ultraschall-Schwingungs-Zerstäubung	Verbrennung, Luftbefeuchtung, Sprühtrocknung, Medizin
Elektrostatik	Elektrostatische Zerstäubung	Tintenstrahldrucker, Landwirtschaft, Lackierung

Die Bildung von Tropfen und die resultierenden Tropfengrößen bzw. Tropfengrößenverteilungen sind stark von den jeweiligen zerstäubungsrelevanten Verfahrensparametern abhängig. Diese sind z.B. die Drehzahl bei der Hochrotationszerstäubung, der Material- und Zerstäuberdruck sowie die Rheologie des Fluids.

Bei den Zerstäubungsprozessen spielt der Zerfall von Flüssigkeitsstrahlen bzw. Flüssigkeitsfäden eine wesentliche Rolle. Zum Verständnis des Zerfallmechanismus betrachtet *Rayleigh* [8] u. a. das Abtropfen einer Flüssigkeit, die mit geringer Strömungsgeschwindigkeit aus einer Düse austritt. Neben dem Abtropfen werden je nach Bedingung ein Zertropfen, Zerwellen oder Versprühen erreicht. Die Übergänge dieser verschiedenen Mechanismen werden durch die Relativgeschwindigkeit zwischen Flüssigkeitsstrahl und Umgebungsluft beeinflusst, wobei hohe Geschwindigkeitsunterschiede die Bildung feiner Partikeln fördert. In Abb. 3.1 sind die Mechanismen der Tropfenbildung beim primären Strahlzerfall bzw. Fadenzerfall schematisch dargestellt.

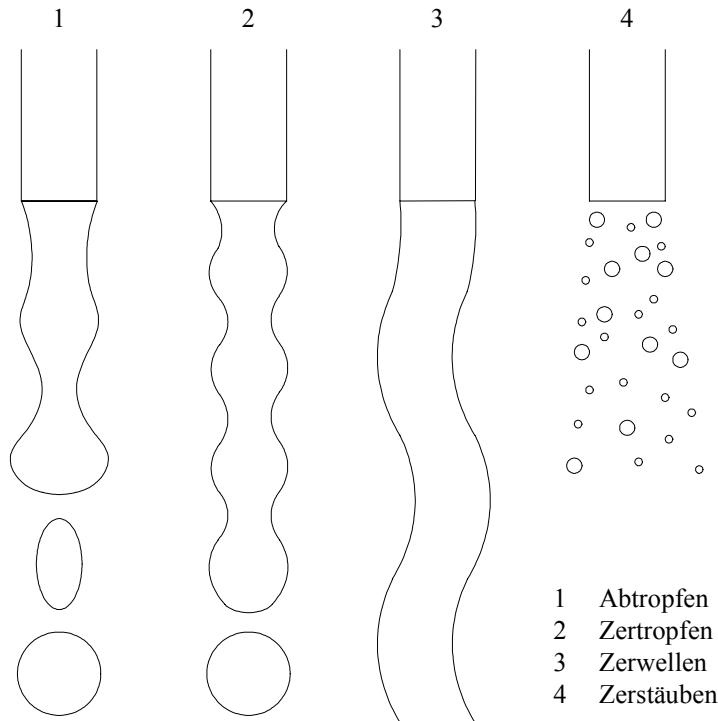


Abb. 3.1 Mechanismen der Tropfenbildung beim primären Strahlzerfall.

Für eine genauere Angabe bzw. Vorhersage des vorliegenden Desintegrationsbereiches werden die Einflussgrößen des Fluids wie die Dichte ρ , Fließgeschwindigkeit u , Viskosität η und Oberflächenspannung σ zu den dimensionslosen Kennzahlen, *Reynoldszahl* Re und *Weberzahl* We zusammengefasst und gegeneinander aufgetragen werden [9].

$$Re = \frac{u \cdot d \cdot \rho}{\eta} \quad \text{Gl. 3.1}$$

$$We = \frac{u^2 \cdot d \cdot \rho}{\sigma} \quad \text{Gl. 3.2}$$

In Abb. 3.2 sind die Übergänge zwischen Abtropfen (1), Zertropfen (2), Zerwellen (3) und Zerstäuben (4) in Abhängigkeit dieser Kennzahlen dargestellt.

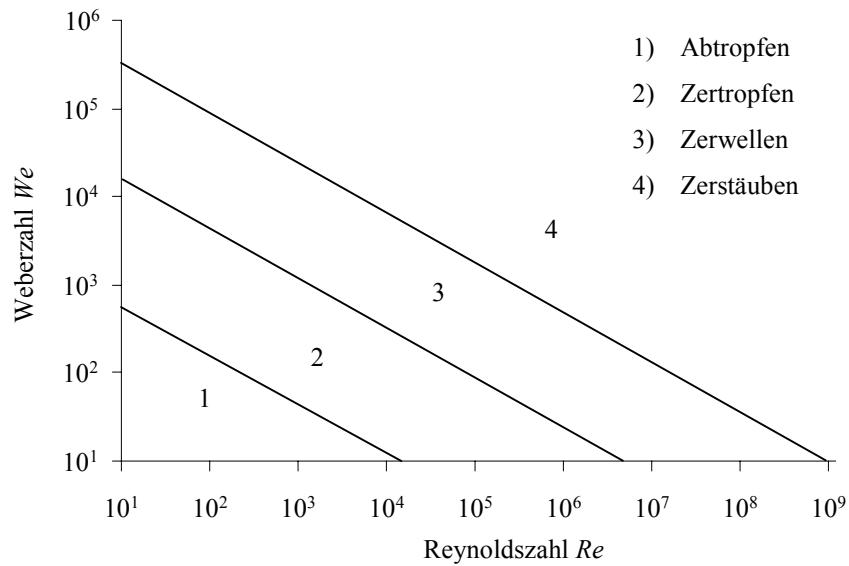


Abb. 3.2 Mechanismus der Tropfenbildung in Abhängigkeit dimensionsloser Kennzahlen.

Neben diesen Mechanismen für den Primärzerfall von Flüssigkeitsstrahlen können die gebildeten Tropfen einer weiteren Zerteilung, der sog. sekundären Tropfenbildung, unterliegen. Dies ist beispielsweise der Fall, wenn die primär gebildeten Tropfen gegenüber der Luft eine hohe Relativgeschwindigkeit annehmen. Durch den Staudruck der Umgebungsluft werden die Tropfen (a) zunächst deformiert (b), anschließend eingeschnürt (c) und zerteilt (d) [59] (s. Abb. 3.3).

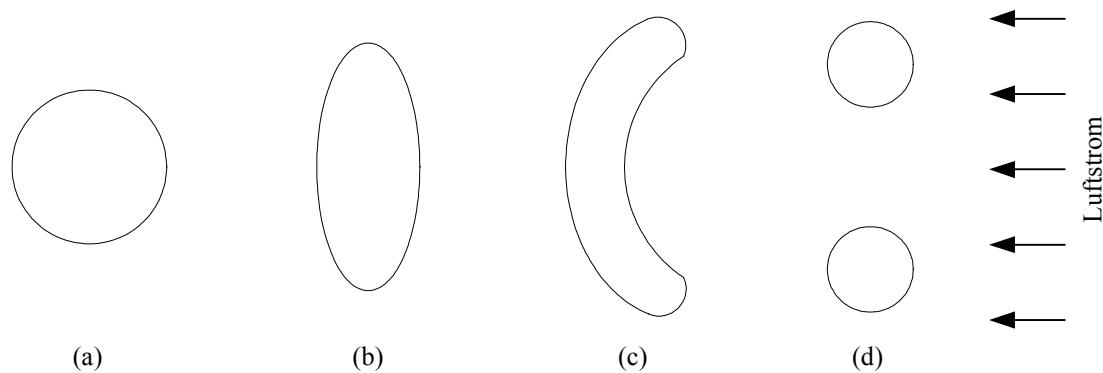


Abb. 3.3 Mechanismus der sekundären Tropfenbildung.

Prinzipiell kann diese Art der Zerteilung solange auftreten, bis sich der deformierende Staudruck und der Kohäsionsdruck, der die Tropfen zusammenhält, im Gleichgewicht befinden.

3.2 Zerstäubungstechniken

Zu den wichtigsten Applikationsverfahren der industriellen Lackverarbeitung zählen die pneumatische und hydraulische Zerstäubung sowie die Hochrotationszerstäubung.

3.2.1 Pneumatische Zerstäubung

Bei der pneumatischen Zerstäubung wird Luft mit einer hohen Geschwindigkeit entlang eines Flüssigkeitsstrahls geführt. Dazu sind die pneumatischen Sprühpistolen so aufgebaut, dass konzentrisch zur Düse, durch die das Lackmaterial geführt wird, ein Ringspalt angeordnet ist. Eine Düsenadel dient zur kontrollierten Lackzufuhr. Nach Betätigen des Abzugbügels der Pistole strömt zunächst die Zerstäuberluft aus dem Ringspalt, bevor das Nadelventil geöffnet wird. Die Fläche des Ringspalts und die Anzahl der Hilfsbohrungen in der Luftkappe legen den Luftbedarf für die Zerstäubung fest. Üblicherweise werden Luftdrücke von 4 bis 8 bar eingestellt. Daraus ergeben sich je nach Luftkappe Luftmengen von 100 bis 250 NL/min bzw. Luftgeschwindigkeiten von bis zu 400 m/s [95].

Das Prinzip der Desintegration beruht auf der hohen Geschwindigkeitsdifferenz zwischen Gas- und Flüssigphase, die etwa 2-3 Zehnerpotenzen beträgt. Die aus dem Ringspalt mit hoher Geschwindigkeit austretende Luft beschleunigt den Flüssigkeitsstrahl. Anschließend wird das Fluid im Beschleunigungsgebiet der Spritzluft durch den dort wirksamen Staudruck deformiert, in Fäden zerteilt und schließlich in kleinere Tropfen überführt. Dieser Vorgang ist beispielhaft anhand eigener Blitzlichtaufnahmen (Nanolight-Technologie) während der pneumatischen Zerstäubung in Abb. 3.4 dargestellt.

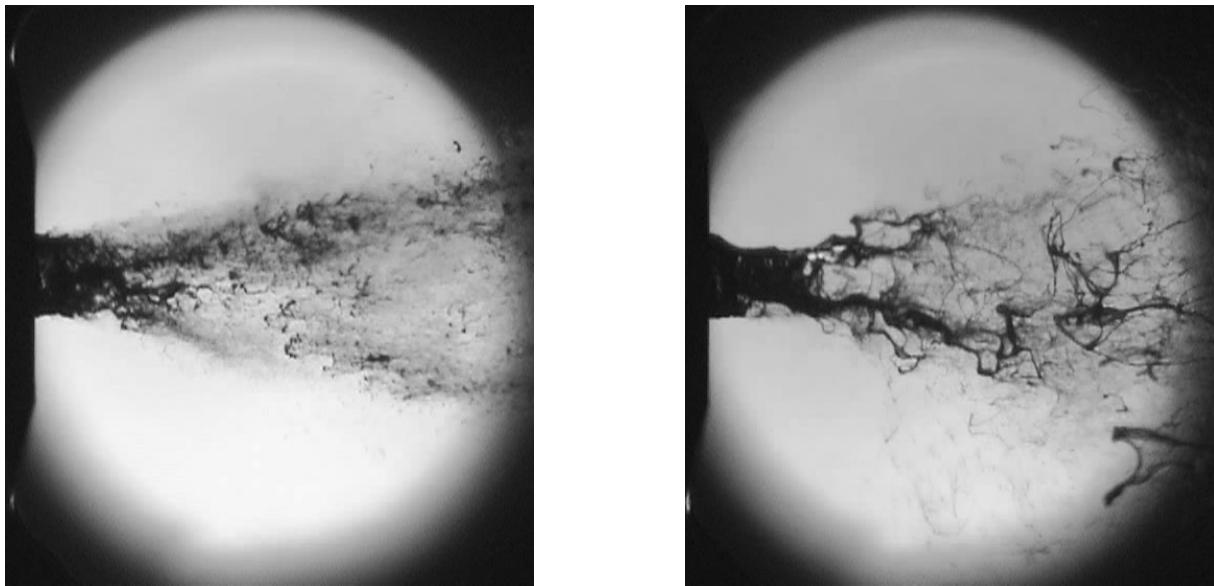


Abb. 3.4 Nanolight-Aufnahme der pneumatischen Zerstäubung von Alkydal F251 X/Xylol bei einem Zerstäuberdruck von 4 bar (links: $\eta = 104 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\dot{m} = 200 \text{ g/min}$; rechts: $\eta = 523 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\dot{m} = 200 \text{ g/min}$).

Die resultierenden Partikelgrößen bzw. deren Verteilung hängt vornehmlich von der Materialausflussrate, der Viskosität des Fluids sowie der Einstellung der Zerstäuberluft ab. Bei Erhöhung der Ausflussrate vergrößern sich die Tropfen, da dadurch die Zerstäuberluft stärker gebremst wird und sich der Staudruck verringert. Somit ist für eine gute Zerstäubung neben einer hohen Luftgeschwindigkeit auch die Luftmenge von entscheidender Bedeutung. Allerdings führen hohe Luftdrücke und -mengen zu einem überproportional hohen Energieverbrauch und Overspray [10], weshalb eine Begrenzung der Zerstäuberluftmenge auch aus ökonomischer Sicht anzustreben ist. Von den physikalischen Kennzahlen des Fluids zählt die Viskosität zu den sensitivsten Variablen, die die Partikelgrößen beeinflusst.

In Abb. 3.5 sind die Auswirkungen der wichtigsten Variablen in einem sog. Sensitivitätsdiagramm dargestellt. Diese in den Diagrammen dargestellten Abhängigkeiten [67] werden im Folgenden durch eigene Messungen überprüft und ggf. korrigiert.

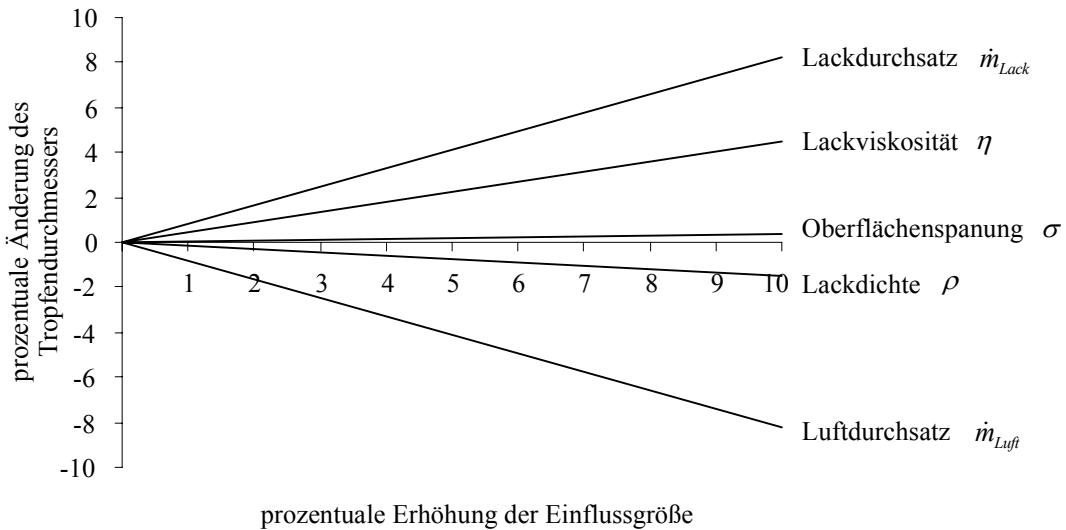


Abb. 3.5 Übersichtsdiagramm der wichtigsten Variablen bei der pneumatischen Zerstäubung bezüglich des Einflusses auf die Tropfendurchmesser (vereinfachte Darstellung).

Anhand der eingezeichneten Geraden und deren Steigung wird die Sensitivität der jeweiligen Einflussgrößen auf die Partikelgrößenverteilung wiedergegeben. Dabei bedeutet eine positive Steigung einen Anstieg, eine negative eine Abnahme der Tropfengröße.

Einzelheiten hierüber in Verbindung mit der Aufstellung empirischer Gleichungen zur Vorhersage von Kennwerten über Partikelgrößenverteilung werden in der Literatur ausführlich beschrieben [93 - 96]. Allerdings werden in den meisten Fällen nur niedrigviskose Testfluide verwendet. Lediglich von *Top* [69] werden die Partikelgrößenverteilungen auch für relativ hohe Viskositäten ermittelt.

3.2.2 Hydraulische Zerstäubung

Durch die hydraulische Zerstäubung, auch „Airless-Zerstäubung“ genannt, werden Tropfen erzeugt, indem die zu zerstäubende Flüssigkeit mit hohem Druck (p_{Material} : 100 - 350 bar) eine kleine schlitzförmige Düse ($\varnothing_{\text{Düse}}$: 0,18 – 0,35 mm) passiert. Die hierdurch erzeugte Turbulenz (Reynoldszahl $>> 2000$) innerhalb des Strahls und die Wechselwirkung mit der Umgebungsluft führen dazu, dass dieser nach Verlassen der Düse zu Tropfen zerfällt. Gleichzeitig erhalten die Tropfen einen Impuls in Sprührichtung.

Zur Aufklärung von Einzelheiten über den Zerstäubungsmechanismus von Einstoffdüsen leisteten *Dombrowski* und *Fraser* [97] grundlegende Arbeiten, in denen sie den Lamellenzerfall mittels fotografischer Techniken genau untersuchten. Dabei definierten *Fraser* und *Eisenklam* drei verschiedene Mechanismen des Lamellenfalls [98]:

1. Rim-mode:

Die Oberflächenspannung der Flüssigkeit verdickt die Kanten einer Lamelle („rim-mode“), die nach dem Mechanismus der freien Strahlzerstäubung [41] zerfallen.

2. Wave instability mode:

Die zur Lamelle abgeflachte und auseinander laufende Flüssigkeitsschicht entwickelt periodische Wellen, die die Oberfläche zerstören. Als Ursachen für diese wellenförmigen Störungen werden Turbulenzen innerhalb der Lamelle und Wechselwirkungen mit der umgebenden Luft angesehen („wave instability mode“). Kreisbogenförmig entstehen konzentrisch um die Düse herum sich weiter ausbreitende Fäden, die entsprechend weiterer Zerfallsmechanismen zu Tropfen desintegrieren.

3. Perforation mode

Eine Lamelle zerfällt vorrangig aus aerodynamischen und hydraulischen Gründen an dünnen Partien der auseinander laufenden Lamelle. Eine hohe Oberflächenspannung bewirkt dabei eine rasche weitgehende Zerstörung der Oberfläche der Lamelle, indem die Perforation rasch aufreißt.

Die Unterteilung des Zerfallmechanismus in den drei o.g. Moden ist anhand eigener Nanolight-Aufnahmen in Abb. 3.6 gut zu erkennen.

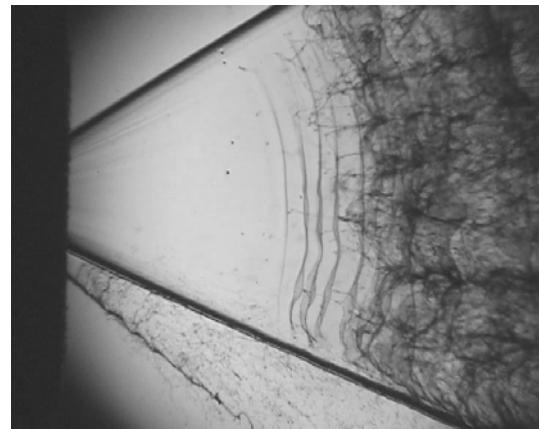
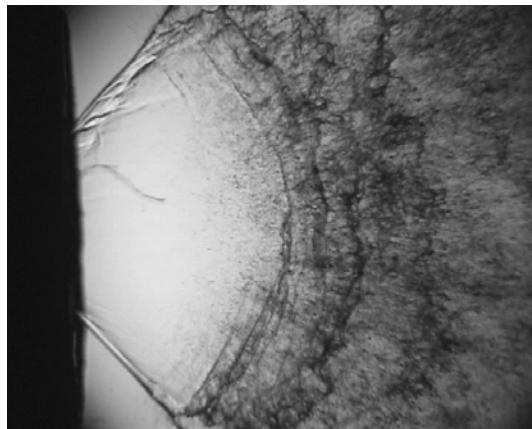


Abb. 3.6 Nanolight-Aufnahme der hydraulischen Zerstäubung von Alkydal F251 X/Xylol bei einem Materialdruck von 200 bar (Düsentyt: 408; links: $\eta = 104 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\dot{m} = 200 \text{ g/min}$; rechts: $\eta = 999 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\dot{m} = 200 \text{ g/min}$).

Hydraulisch arbeitende Zerstäuber besitzen keine Möglichkeit einer separaten Dosierung der Lackmenge. Die Lackdurchflussrate wird durch den eingestellten Materialdruck, der Viskosität und der verwendeten Düse festgelegt (*Hagen-Poiseuille'sches Gesetz*).

Das Sensitivitätsdiagramm in Abb. 3.7 zeigt die qualitative Abhängigkeit der wichtigsten verfahrenstechnischen Parameter sowie der Materialeigenschaften auf die Änderung der Partikelgrößenverteilung.

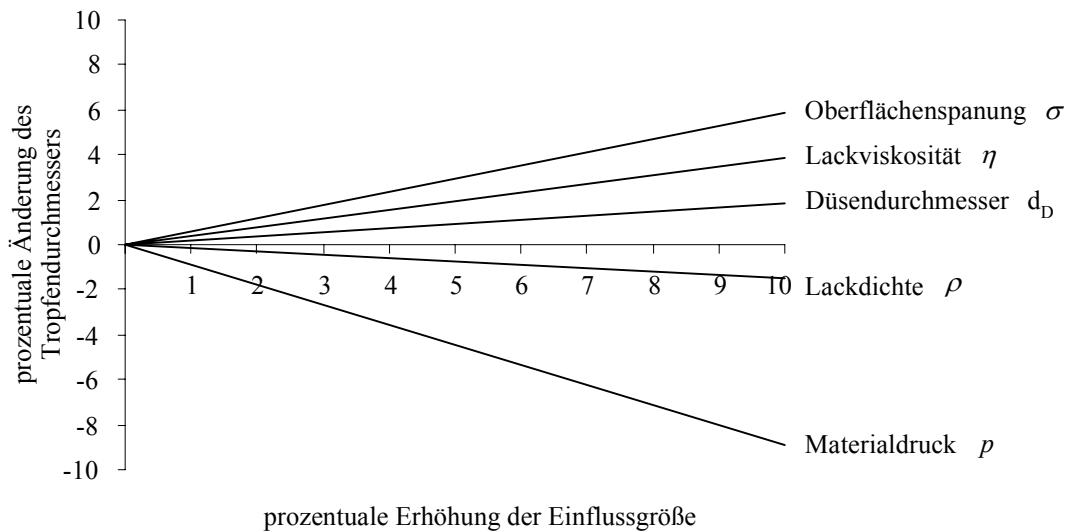


Abb. 3.7 Einfluss der wichtigsten Variablen bei der hydraulischen Zerstäubung auf den Tropfendurchmesser.

Im Unterschied zur pneumatischen Zerstäubung besitzt die Oberflächenspannung relativ zur Viskosität einen größeren Einfluss auf die Zerstäubung. Höhere Lackdichten begünstigen den Zerfall nur geringfügig. Die Variation des Materialdrucks hingegen führt mit Abstand zur größten Änderung der Tropfendurchmesser.

Selbstverständlich sind auch für die hydraulische Zerstäubung in einer Vielzahl von Arbeiten empirische Ansätze zur Vorhersage des mittleren Tropfendurchmessers in Abhängigkeit verschiedener Stoff- und Verfahrensparameter aufgestellt worden. Für die praktische Anwendung sind solche Gleichungen allerdings nur bedingt brauchbar, da meist niedrigviskose newtonsche Fluide verwendet wurden [99 - 102].

3.2.3 Hochrotationszerstäubung

Bei der Hochrotationszerstäubung werden u.a. flache Scheiben mit oder ohne Rändelung, Becher, Teller und Glocken verwendet. Hochrotationsglocken bzw. Hochrotationsscheiben bestehen aus einem glocken- bzw. scheibenförmigen Rotationskörper. Üblicherweise liegt der Durchmesser des Rotationszerstäubers zwischen 25 und 450 mm. Zum Antrieb werden meist Luftturbinen und Luftpumpe verwendet. Kleine Glockenteller drehen sich mit einer Drehzahl N bis 70000 min^{-1} , größere Rotationsscheiben bis zu 35000 min^{-1} .

Auf dem Glockenteller bzw. auf der Scheibe wird die Flüssigkeit durch die Zentrifugalkraft auf die äußere Kante der Glocke bzw. Scheibe gefördert und dort radial abgeschleudert. Auf die Flüssigkeitsschicht, die sich auf dem Glockenteller bzw. der Scheibe befindet, wirken:

- Zentrifugalkräfte
- Trägheitskräfte
- Corioliskraft sowie Reibungskräfte innerhalb der Flüssigkeit

Üblicherweise wird die Flugbahn der nach Abschleudern entstehenden Tropfen durch Ring- bzw. Lenkluft und ein angelegtes elektrostatisches Feld (Hochspannungen zwischen 70 und 100 kV) derart beeinflusst, dass sie sich in Richtung des geerdeten Lackierobjekts bewegen und dort abscheiden [41, 59].

Nach dem Transport zum Glockenrand treten in Abhängigkeit der Winkelgeschwindigkeit und des Massenstroms¹ der zu zerstäubenden Flüssigkeit verschiedene Zerstäubungsmechanismen auf. Diese werden u. a. in der Literatur [57, 103] abgehandelt. Allgemein wird zwischen der Tropfen-, Faden- und Lamellenzerstäubung unterschieden. Letztere tritt vor allem bei hohen Massenströmen und niedrigen Drehzahlen bzw. Winkelgeschwindigkeiten auf.

Der Mechanismus der Fadenzerstäubung ist beispielhaft anhand eigener Nanolight-Aufnahmen während der Hochrotationszerstäubung in Abb. 3.8 zu erkennen.

¹ Auch der Glockentyp und das Fluid selbst haben gewisse Einflüsse auf den Zerstäubungsmechanismus.

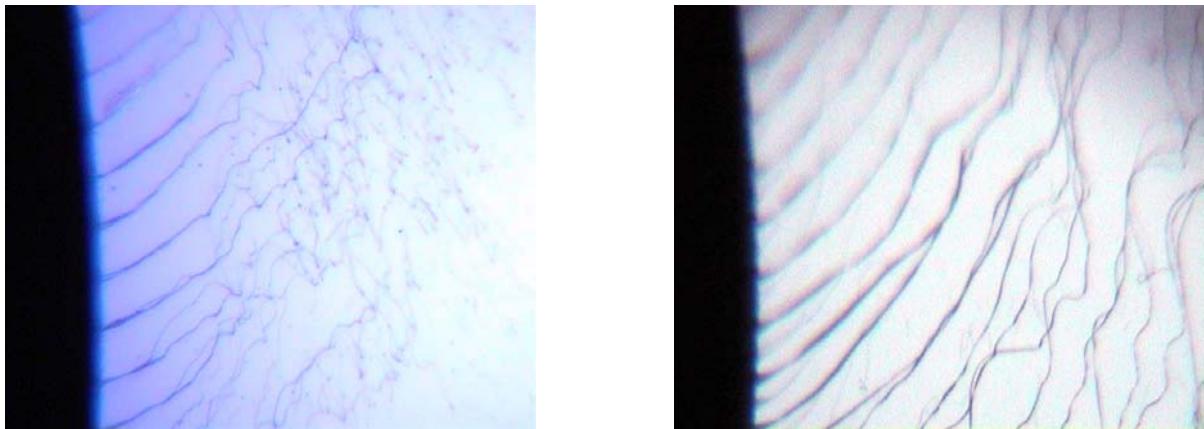


Abb. 3.8 Bereich der Fadenzerstäubung von Alkydal F251 X/Xylo bei der Hochrotationszerstäubung bei einer Drehzahl von 50.000 min^{-1} (Glockentyp: 33; links: $\eta = 104 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\dot{m} = 200 \text{ g/min}$; rechts: $\eta = 999 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\dot{m} = 200 \text{ g/min}$).

An der Glockenkante bildet sich ein Wulst, aus dem sich je nach Glockengeometrie, Drehzahl, Materialeigenschaft und Fördermenge mehr oder weniger lange Fäden herauslösen. Diese zerfallen anschließend weiter zu Topfen. Allgemein unterstützen Glocken mit Kreuzrändelung die Ausbildung von Fäden.

Im Vergleich zur pneumatischen und hydraulischen Zerstäubung ist die Hochrotationszerstäubung weniger sensibel gegen Viskositätsänderungen (vgl. Abb. 3.9).

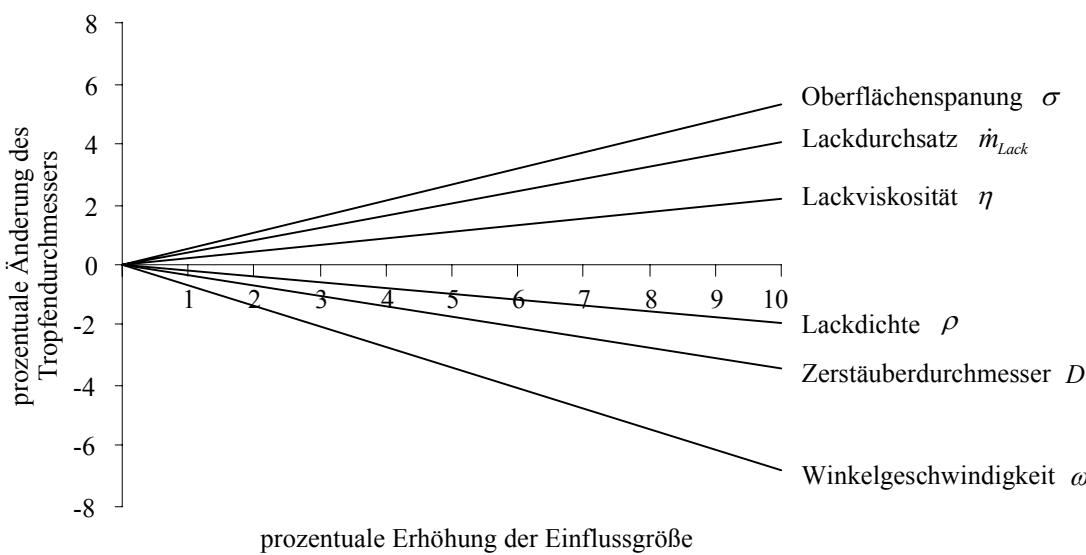


Abb. 3.9 Einfluss der wichtigsten Variablen bei der Hochrotationszerstäubung auf die Tropfendurchmesser.

Ähnlich wie bei der hydraulischen Zerstäubung wirkt bei der Hochrotationszerstäubung eine hohe Oberflächenspannung der Bildung feiner Teilchen entgegen. Dadurch ergeben sich unterschiedliche Tropfenspektren und damit unterschiedliche

Applikationseigenschaften zwischen wässrigen und lösemittelhaltigen Beschichtungsstoffen. Entsprechend dem Haupteinflussfaktor Zerstäuberluft bei der pneumatischen Zerstäubung oder Materialdruck bei der hydraulischen Zerstäubung stellt die Winkelgeschwindigkeit und damit die Drehzahl bei der Hochrotationszerstäubung die bestimmende Variable für die Verringerung der Teilchengröße dar.

Insgesamt betrachtet zeichnet sich die Hochrotationszerstäubung durch die Applikationsmöglichkeit von Beschichtungsstoffen mit hohen Massendrucksätzen über einen großen Viskositätsbereich aus.

Die Literatur bietet diverse Gleichungen an, um die Tropfengröße bei Variation verschiedener Geräte- und Stoffparameter zu beschreiben. In vielen Veröffentlichungen wird dabei üblicherweise der Sauter-Durchmesser $d_{3,2}$ angegeben.

Die Näherungen von *Tanasawa et al.* [103] und *Mehrhardt* [57] basieren auf der Verwendung ebener Rotationsscheiben. Nur wenige Untersuchungen [51, 82] berücksichtigten Hochrotationszerstäuber, wie sie für die Lackapplikation üblich sind.

3.3 Aktueller Stand der Ultraschallstehwellenzerstäubung

Die Anwendungsgebiete des Ultraschalls sind vielfältig und können vereinfacht in die Aktorik und in die Sensorik eingeteilt werden. Auf Seiten der Sensorik sei hier u. a. die Ultraschall-Tomographie und die Ultraschall-Partikelgrößenbestimmung genannt. Zu dem Gebiet der Aktorik zählt die Desintegration von Fluiden mittels Ultraschall, wobei allgemein folgende Verfahrensmöglichkeiten bestehen [1]:

- Ultraschall-Gas-Zerstäubung
- Ultraschall-Kapillarwellen-Zerstäubung
- Ultraschall-Stehwellen-Zerstäubung

Der historische Ursprung der Ultraschallstehwellenzerstäubung (Abk.: USZ) findet sich in Levitationsexperimenten [4,5], bei denen flüssige und feste Medien in einem akustischen Stehwellenfeld berührungslos positioniert werden. Diese Art der Positionierung findet Anwendung in der Raumfahrt und in den Materialwissenschaften [6]. Bei der Levitation bewirken die Schallkräfte, bei hinreichend starkem Schallfeld zwischen einer Ultraschallquelle und einem Reflektor, dass die eingebrachte Materialprobe gegen die Erdanziehungskraft in Schweben gehalten wird. Handelt es sich bei der Probe um ein Fluid, so führt eine kontinuierliche Erhöhung der Schallfeldstärke zu einer zunehmenden Verformung des Tropfens, die schließlich spontan zur Tropfenbildung führt [7,33].

Lierke und *Ruckdeschel* [11] erkannten, dass diese Technik nicht nur auf Einzeltropfen angewendet werden kann, sondern auch als kontinuierliche Desintegrationstechnik zur Herstellung von Pulvern und Granulaten aus Metallschmelzen einsetzbar ist. In der Patentschrift DE 2656330 wird die Strahlzerteilung in einem Stehwellenfeld beschrieben, das mittels eines aktiven Ultraschallschwingers und eines gegenüberliegenden statischen Reflektors erzeugt wird. In nachfolgenden Patenten erweiterten *Lierke et al.* [12,13] die Anwendungsgebiete der USZ auf eine allgemeine Zerstäubung von flüssigen Medien, wobei der Reflektor zusätzlich als aktiver Schwinger fungieren kann.

Die Arbeitsgruppe von *Bauckhage et al.*, die ebenfalls über die USZ berichtet, legte den Schwerpunkt der Untersuchungen auf die Zerstäubung von Metall- und Glasschmelzen [53,56,70]. Hieraus entstanden weitere Patente, in denen u. a. der Einsatz von mehr als zwei aktiven Ultraschallschwingern [14], die Zufuhr von mehreren Flüssigkeitsstrahlen und die Verwendung von konkaven Sonotroden [15] erwähnt werden.

Ein weiteres Patent von *Goldschmidt et al.* [16], das sich auf die Verarbeitung von Beschichtungsstoffen bezieht, beschreibt eine elektrostatische Aufladung der Zerstäubereinheit zur Erzielung eines hohen Auftragswirkungsgrades und die Zufuhr von Heißluft während des Desintegrationsprozesses.

Wegen der in dieser Arbeit durchzuführenden Untersuchungen werden die physikalischen Grundlagen der USZ-Technik näher vorgestellt.

3.3.1 Physikalische Grundlagen von Schall und Ultraschall

Als Schall bezeichnet man elastische Wellen in gasförmigen, flüssigen oder festen Medien, die durch Ausbreitung mechanischer Schwingungen zustande kommen. Dabei führen Materiateilchen periodische Schwingungsbewegungen aus, die von einem Schallsender aufgezwungen werden. Die Form der Impulsübertragung ist dabei abhängig von der Art des angeregten Mediums. In idealen Gasen und Flüssigkeiten erfolgt die Ausbreitung aufgrund vernachlässigbarer Schubspannungsanteile ausschließlich als Longitudinalwellen, in denen die Schwingungsrichtung mit der Fortpflanzungsrichtung identisch ist. In Festkörpern sind neben Longitudinalwellen auch Transversalwellen und Mischformen möglich.

Als Ultraschall bezeichnet man dabei Schallwellen, deren Frequenzen oberhalb von 20 kHz liegen, was ungefähr der Hörschwelle des menschlichen Ohres entspricht.

3.3.2 Charakteristische Kenngrößen des Ultraschalls

Schallgeschwindigkeit

Unter der Schallgeschwindigkeit versteht man die Phasengeschwindigkeit einer sich ausbreitenden Welle. Sie hängt von den mechanischen Eigenschaften des Mediums, nicht aber von der Frequenz der Welle ab. Die Ausbreitungsgeschwindigkeit c elastischer Longitudinalwellen in Gasen wird durch die von *Laplace* abgeleiteten Formel (Gl. 3.3) wiedergegeben

$$c = \sqrt{\frac{\kappa \cdot p}{\rho}} \quad \text{Gl. 3.3}$$

mit: κ : Adiabatenexponent
 p : Luftdruck
 ρ : Luftdichte

Wird Luft als ideales Gas betrachtet so resultiert unter Einbeziehung des idealen Gasgesetzes Gl. 3.4 für die Schallgeschwindigkeit:

$$c = \sqrt{\kappa \cdot R \cdot T} \quad \text{Gl. 3.4}$$

mit: R : Gaskonstante
 T : Temperatur

Die Schallgeschwindigkeit ist demnach unabhängig vom Druck und proportional zur Quadratwurzel der absoluten Temperatur.

Schallschnelle

Als Schallschnelle u bezeichnet man die Geschwindigkeit mit der sich die schwingenden Materiateilchen aus ihrer Ruhelage bewegen (also nicht etwa die Schallgeschwindigkeit). Sie errechnet sich durch Differenzieren Gl. 3.12 nach der Zeit t :

$$u = u_{\max} \cos \omega t \cos kx \quad \text{Gl. 3.5}$$

mit $u_{\max} = 2\omega \varphi_{\max}$ Gl. 3.6

wobei: ω : Winkelgeschwindigkeit
 t : Zeit
 k : Konstante
 x : Wegstrecke
 φ_{\max} : Amplitude

Die Schallschnelle u eilt

bei gleicher Periodizität der Amplitude um $\frac{1}{4}$ Schwingungsdauer voraus.

Schallwechseldruck

Der Schallwechseldruck p in Gl. 3.7 gibt die Druckschwankung von seinem Ruhewert innerhalb einer Schallwelle an. Druckschwankungen sind die Folge von Verdichtungen und Entspannungen innerhalb des von der Welle erfassten Mediums. Zum Zeitpunkt der maximalen Auslenkung φ_{\max} erreicht der Schallwechseldruck seinen Spitzenwert p_{\max} .

$$p = p_{\max} \sin \omega t \sin kx \quad \text{Gl. 3.7}$$

mit $p_{\max} = \rho \cdot c \cdot u_{\max}$ Gl. 3.8

Energiedichte

Eine Schallwelle transportiert von der Energiequelle mechanische Energie (potentielle und kinetische Energie) in Richtung der Wellenausbreitung, ohne dabei Materie zu transportieren. Die mittlere Schwingungsenergie je Volumeneinheit \bar{E} (Energiedichte) ist [21]:

$$\bar{E} = \frac{1}{2} \cdot \rho \cdot \omega^2 \cdot \varphi_{\max}^2 = \frac{1}{2} \cdot \rho \cdot u_{\max}^2 \quad \text{Gl. 3.9}$$

Schallintensität

Als Maß für die abgestrahlte Energie wird der Begriff Energieflussdichte oder Intensität I des Schalls eingeführt, die durch das Produkt der mittleren Energiedichte mit der Schallgeschwindigkeit bestimmt wird [21]:

$$I = \bar{E} \cdot c = \frac{1}{2} \cdot \rho \cdot c \cdot u_{\max}^2 \quad \text{Gl. 3.10}$$

3.3.3 Grundgleichungen zur Beschreibung des Schalls

Eine Schallwelle wird durch räumliche und zeitliche Schwankungen der Dichte ρ , der Teilchengeschwindigkeit u und des Drucks p um einen jeweiligen Mittelwert charakterisiert.

Die Beschreibung der Schallausbreitung in Gasen geht von den Grundgleichungen über die Hydrodynamik für kompressible Fluide d. h. den *Navier-Stokes*-Gleichungen ergänzt durch eine Zustandsgleichung für das Medium aus [17]. Diese Gleichungen lassen sich linearisieren, wenn die Dichte- und Druckschwankungen im Schallfeld als vernachlässigbar klein gegenüber den entsprechenden Werten im Ruhezustand angesehen werden können. Dies führt zur Wellengleichung (Gl. 3.11), deren Herleitung in der Literatur [17 - 19] ausführlich behandelt wird.

$$\frac{\partial^2 \varphi}{\partial t^2} - c_0^2 \Delta \varphi = 0 \quad \text{Gl. 3.11}$$

In dieser Gleichung bedeutet $\Delta \varphi$ den auf die Elongation φ angewandten *Laplace*-Operator. Sie gilt in der gleichen Form für alle anderen Schallfeldgrößen, etwa für die Dichteschwankung, den Schallwechseldruck oder für die einzelnen Komponenten der Schallschnelle. Allerdings werden die in der Realität unvermeidlichen Verluste bei der Schallausbreitung nicht berücksichtigt.

Ebene Schallwellen kleiner Amplituden

Wird die Ausbreitung einer Schallwelle nur eindimensional in x -Richtung betrachtet und ist die gesamte Bewegung in der yz -Ebene homogen, so werden die Wellen als ebene Wellen bezeichnet [20]. Eine spezielle Lösung der Wellengleichung (Gl. 3.11) für eine ebene Welle mit geringen Amplituden, die den Gesetzmäßigkeiten einer harmonischen Welle genügt, lautet:

$$\varphi(x, t) = \varphi_{\max} e^{i(\omega t - kx)} \quad \text{bzw.}$$

$$\varphi(x, t) = \varphi_{\max} \sin(\omega t - kx) \quad \text{Gl. 3.12}$$

mit: x : Entfernung der laufenden Welle
 ω : Kreisfrequenz
 k : Wellenzahl ($k = \omega/c$)
 φ_{\max} : Amplitude

3.3.4 Entstehung stehender Wellen

3.3.4.1 Interferenz zweier Wellen

Stehende Wellen ergeben sich im unbegrenzten Medium durch Überlagerung von zwei entgegenlaufenden, ebenen Wellen mit gleicher Amplitude und Wellenlänge. Mathematisch lassen sich stehende Wellen durch die Summation einer sich in positiver x -Richtung und einer sich in negativer x -Richtung ausbreitenden Welle darstellen [22]:

$$\varphi(x,t) = \varphi_{1,\max} \sin(\omega t - kx) + \varphi_{2,\max} \sin(\omega t + kx) \quad \text{Gl. 3.13}$$

bzw. $\varphi(x,t) = 2\varphi_{\max} \sin \omega t \cos kx \quad \text{Gl. 3.14}$

3.3.4.2 Zwei Schallquellen mit und ohne Frequenzunterschied

Zur Erzeugung des Ultraschallstehwellenfeldes sind zwei aktive Swinger auf einer Achse gegenüberliegend angeordnet. Ultraschallschwinger werden aufgrund empirischer Erkenntnisse auch mit geringfügig verschiedenen Frequenzen betrieben. Dadurch bildet sich ein quasistationäres Stehwellenfeld in einem fest vorgegebenen Raum aus. Mathematisch werden derartige Tatbestände als Wellengleichung mit entsprechenden Rand- und ggf. Anfangsbedingungen formuliert. Bei Berücksichtigung der Randbedingungen (Gl. 3.15) und (Gl. 3.16)

$$\varphi_{x=0} = \varphi_{1,\max} \sin \omega_1 t \quad \text{Gl. 3.15}$$

$$\varphi_{x=L} = \varphi_{2,\max} \sin \omega_2 t \quad \text{Gl. 3.16}$$

ist nach Li [23] Gl. 3.17 die Lösung der Wellengleichung (Gl. 3.11):

$$\varphi(x,t) = \frac{\varphi_{1,\max}}{\sin k_1 L} \sin k_1 (L-x) \sin \omega_1 t + \frac{\varphi_{2,\max}}{\sin k_2 L} \sin k_2 x \sin \omega_2 t \quad \text{Gl. 3.17}$$

Die beiden Summanden in Gl. 3.17 stellen jeder für sich eine stehende Welle dar. Demzufolge bildet sich das Schallfeld derart aus, als fungiere für eine aktive Schwingereinheit die andere nur als starrer Reflektor, obwohl diese ebenfalls permanent aktive Schwingungsbewegungen ausübt.

Schwingen beide Schallquellen mit der gleichen Frequenz, entsteht ein Interferenzfeld, das räumlich stark schwankende Intensitäten aufweist, jedoch zeitlich konstant ist. In Abb. 3.10 wird die dreidimensionale Funktion $\varphi(x,t)$ entlang der Zeitachse auf die φ - x -Fläche projiziert.

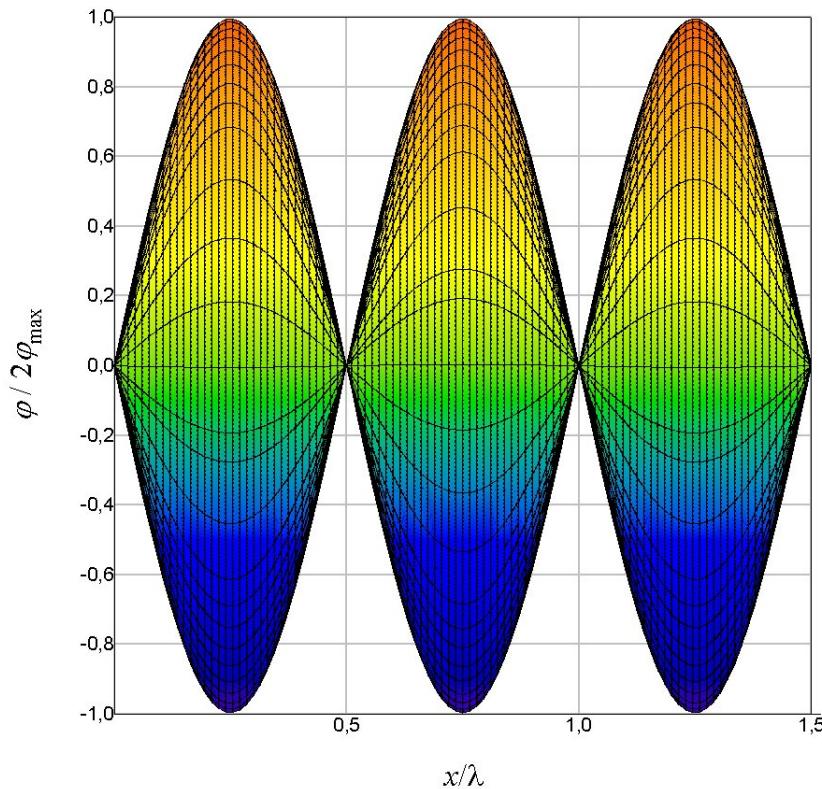


Abb. 3.10 Örtliche Intensitätsschwankungen bei stehenden Wellen

Überlagern sich hingegen Schwingungen geringfügig verschiedener Frequenzen, dann entstehen sog. Schwebungen, wodurch neben den örtlichen auch zeitliche Intensitätsschwankungen zustande kommen. Die Amplitude der Schwebung ändert sich mit den Extremwerten 0 und $2\varphi_{\max}$ periodisch mit der Schwebungsfrequenz $f_s = 1/T_s$ (mit $f_s = f_2 - f_1$). In Abb. 3.11 wird die Gl. 3.17 entlang der Raumachse auf die φ - t -Fläche projiziert.

Die Beziehungen für den Schallwechseldruck und die Schallschnelle sind völlig analog und können auch aus der Gl. 3.17 abgeleitet werden.

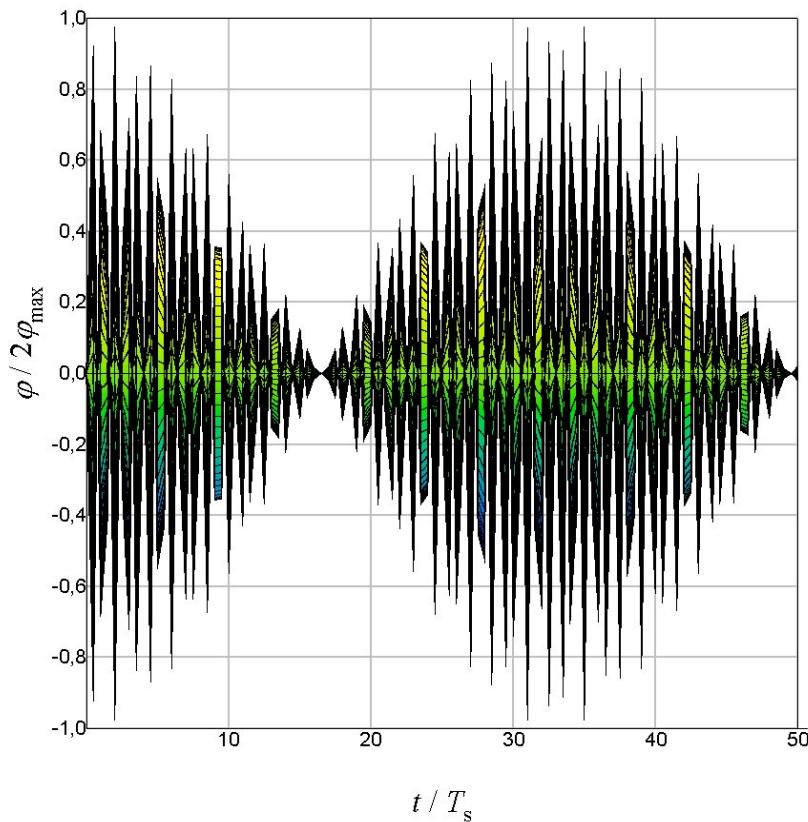


Abb. 3.11 Zeitliche Intensitätsschwankungen (Schwebungen) durch Überlagerung zweier benachbarter Frequenzen

Je geringer der Frequenzunterschied beider Schwingereinheiten ist, desto länger werden die Schwebungszeiten der Amplitudenschwankungen. Dies hat zur Folge, dass bei extrem gerin- gen Frequenzunterschieden die Zeit, in der das Schallfeld nahezu keine Intensität aufweist, relativ lang ist. So dauert beispielsweise bei einem Frequenzunterschied von 1 Hz die Periode zwischen An- und Abschwellen der Schwingungsamplitude 1 Sekunde.

Für die USZ wäre eine exakte Frequenzübereinstimmung der Schwingereinheiten wünschenswert, da sich dann zeitlich konstante, maximale Schallwechseldruckamplituden ergeben würden. Unter dieser Voraussetzung sollte eine homogener Zerstäubung mit einer noch engeren Partikelgrößenverteilung möglich sein.

Diese exakte Frequenzübereinstimmung lässt sich allerdings mit der von der Fa. *Branson* für die Zerstäubungsversuche zur Verfügung gestellten Ultraschallanlage praktisch nicht realisie- ren. Gründe dafür sind:

- Empfindliche Temperaturabhängigkeit der Schwingungsfrequenz (s. Kap. 4.1.1.1, S. 41)
- Frequenzverschiebung durch unterschiedlich starke Verschmutzung der Sonotroden
- Keine aktive Steuerung der Schwingungsfrequenz

Für eine effektiveren Einsatz der USZ wird in der Literatur [23, 25] die Verwendung zweier aktiver Schwingereinheiten mit einer Frequenzdifferenz von ca. 1 % (100 Hz) empfohlen. *Schädlich* [26], der Schallwechseldruckmessungen in Abhängigkeit von der Schwebungsfrequenz durchführte, berichtet, dass mit steigender Schwebungsfrequenz die maximalen Schallwechseldruckwerte im Bauch ab und im Knoten zunehmen. Der Autor lässt allerdings die Frage nach den Konsequenzen für die USZ offen und weist zur Klärung dieser Problematik auf noch durchzuführende Zerstäubungsexperimente hin. Daher beschäftigt sich ein Teil der vorliegenden Arbeit mit der Auswirkung unterschiedlicher Schwebungsfrequenzen auf die Zerstäubungsgüte.

Abschließend sei erwähnt, dass die in diesem Kapitel vorgestellten Gleichungen die vorliegenden Schallfelder bei der USZ nicht quantitativ korrekt beschreiben können, da sie genau genommen nur für Schallfelder mit unendlich kleinen Schwankungsamplituden gültig sind. Aufgrund der hohen Schallwechseldrücke haben die in den Gleichungen nicht berücksichtigten nichtlinearen Effekte einen großen Einfluss. Die linearisierten Gleichungen können allerdings zur qualitativen Beschreibung von Ultraschallstehwellenfeldern und zur Beschreibung der Kräfteverhältnisse für einen umströmten Tropfen [24] mit hinreichender Genauigkeit angewendet werden.

Für eine genauere Darstellung der Zustände in einem Stehwellenfeld mit hohen Amplituden können numerische Simulationen des Schallfeldes hilfreiche Erkenntnisse liefern. Mit diesem Ansatz können in relativ kurzer Zeit die verschiedensten Einflüsse der Anlagenparameter wie z.B. Schwingungsfrequenz, Schwebungsfrequenz und Sonotrodengeometrie auf den resultierenden Schallwechseldruck quantitativ berechnet werden [33].

3.3.4.3 Einflussgrößen auf den Schallwechseldruck

Bereits in mehreren Arbeiten wurden Schallfelduntersuchungen mittels piezoresistiven Drucksensoren durchgeführt, jedoch mit unterschiedlichen Zielsetzungen. In den Arbeiten von *Reiter* [52] und *Mattern* [68] lag der Schwerpunkt stets bei der Bestimmung des optimalen Resonanzabstandes für verschiedene Schwingersysteme und –anordnungen.

Für die Beschreibung von Zerstäubungsergebnissen ist die Kenntnis des in einem Druckbauch gemessenen effektiven Schallwechseldrucks hilfreich, da dieser zur Berechnung der zerstäubungswirksamen Energiedichte herangezogen werden kann (vgl. Gl. 3.9). Dieser effektive Schallwechseldruck hängt in komplexer Weise von zahlreichen Parametern ab. Diese sind u.a.

die Stoffdaten des Umgebungsgases, die Schwingungsamplitude, die Sonotroden und die Schallfrequenz.

Andersen [53] stellt für den effektiven Schallwechseldruck zwischen zwei planaren Sonotroden mit einer Sonotrodenstirnfläche von 35 mm und einer Betriebsfrequenz von etwa 20 kHz in Abhängigkeit von dem statischen Umgebungsdruck p_0 (in bar), der Schwingungsamplitude A (in μm) und der Knotenzahl N_K folgende empirische Berechnungsgleichung auf:

$$p_{eff}[\text{bar}] = 0,039 p_0^{0,99} A^{0,71} N_K^{-0,64} \quad \text{Gl. 3.18}$$

Die Ermittlung der Gleichung stützt sich auf Messungen für ein 3 bis 7 Knotenfeld, Schwingungsamplituden zwischen 40 und 80 μm sowie Gasdrücke (Umgebungsdruck der Schwinger) von 1 bis 9 bar. Aufgrund einer guten Übereinstimmung der gemessenen Werte mit den berechneten (die Standardabweichung beträgt nur 5 %) ist eine Extrapolation über den Messbereich hinaus zulässig. Für die eingesetzten konkaven Sonotroden ist Gl. 3.18 mit einem Korrekturfaktor von 1,43 zu multiplizieren [53].

Meng [70] geht in seinen Berechnungen des effektiven Schallwechseldrucks viel weiter und bindet neben der Schwingungsamplitude, Anzahl der Schwingungsknoten und dem Umgebungsdruck, noch Sonotrodendurchmesser, Schwingungsfrequenz und Stoffdaten für unterschiedliche Gase in eine dimensionslose Gleichung ein. Dabei schlägt der Autor zwei verschiedene Ansätze vor.

1. Linearer Polynomansatz:

$$p_{eff}^* = -0,736 + 0,489 \varphi + 0,153 Z_{g,n}^* + 0,327 A^* + 0,400 f^* \quad \text{Gl. 3.19}$$

2. Exponentialansatz:

$$p_{eff}^* = \varphi Z_g^{*1,070} A^{*0,868} f^{*1,06} \quad \text{Gl. 3.20}$$

mit:

- p_{eff}^* : effektiver Schallwechseldruck bezogen auf den Umgebungsdruck.
- φ : Einstrahlzahl (erfasst Sonotrodenabstand und Sonotrodendurchmesser)
- Z^* : normierte Schallimpedanz des Gases bezogen auf die Schallimpedanz der Luft unter Normalbedingung.
- A^* : Schwingungsamplitude der Sonotroden bezogen auf eine 100 μm Amplitude.
- f^* : Schwingungsfrequenz bezogen auf 20 kHz.

Der Vorteil dieser Ansätze liegt darin, dass dimensionslose Kennzahlen verwendet werden und es somit nicht zu verwirrenden Einheitsbetrachtungen kommt. Allerdings liefert Gl. 3.18 relativ einfach und schnell Ergebnisse mit hoher Genauigkeit für den betrachteten Gültigkeitsbereich.

3.4 Grundlagen zur Teilchengrößenbestimmung

Die Teilchengrößenanalyse und Diagnose von Sprays mit den Vor- und Nachteilen der jeweiligen Messmethode sind in der Literatur bereits häufiger diskutiert worden [41,47,48]. Bei der Auswahl der geeigneten Messtechnik sind einige Aspekte zu berücksichtigen. Diese muss u. a. die Vermessung einer repräsentativen Probe im Spray gewährleisten und die gemessene Teilchengröße darf nicht vom gemessenen Winkel und der Position im Messfeld abhängig sein. Zugleich soll das Verfahren eine berührungslose Bestimmung der Partikelgrößenverteilung (Abk.: PGV) erlauben, ohne das Trägergas oder den Partikelstrom zu beeinflussen. Nur so ist eine Beeinflussung des Desintegrationsprozesses während der Messung zu verhindern. Zusätzlich muss die Messmethode in vertretbaren Mess- und Auswertungszeiten reproduzierbare Ergebnisse liefern. Als geeignetes Verfahren zur Teilchengrößenanalyse in Lacksprays hat sich die Messung der Beugung von Laserlicht durch Wechselwirkung mit den einzelnen Partikeln bewährt [49,50,51].

3.4.1 Allgemeine Theorie der Laserlichtbeugung

Unter dem Begriff Lichtstreuung werden alle Phänomene der Reflektion, Brechung und der Beugung zusammengefasst. Je nach Größe gehorcht die Wechselwirkung eines Teilchens mit den Lichtstrahlen unterschiedlichen Gesetzmäßigkeiten. Anhand des *Mie*-Parameters α (s. Gl. 3.21) lässt sich die von einem Teilchen ausgehende Streustrahlung in die *Rayleigh'sche* und *Mie'sche*-Streuung sowie die *Fraunhofer'sche* Beugung unterteilen (s. Tabelle 3.2) [105, 106].

$$\alpha = \frac{\pi \cdot D}{\lambda} \quad \text{Gl. 3.21}$$

Tabelle 3.2 Einteilung verschiedener Bereiche der Lichtstreuung anhand des *Mie*-Parameters

Bereich	<i>Mie</i> -Parameter α	Streufunktion	Proportionalität
<i>Rayleigh</i>	$\ll 1$	$I = f(\theta, \alpha, m)$	$I \approx D^6/\lambda^4$
<i>Mie</i>	≈ 1	$I = f(\theta, \alpha, m)$	$I \approx D^2$
<i>Fraunhofer</i>	$>> 1$	$I = f(\theta, \alpha)$	$I \approx D^4$

Dabei sind: I = Streulichtintensität θ = Streuwinkel
 D = Partikeldurchmesser m = komplexer Brechungsindex ($m = n - ik$)
 λ = Lichtwellenlänge

Gemäß Gl 3.21 tritt die *Rayleigh'sche* Streuung auf, wenn die Partikeln gegenüber der Lichtwellenlänge sehr klein sind und die *Mie'sche* Streuung, wenn sie im Vergleich zur Lichtwellenlänge groß sind.

Die *Mie-Theorie* beschreibt die Wechselwirkung von Licht mit kleinen sphärischen Teilchen und basiert auf der Lösung der *Maxwell'schen* Gleichungen [108]. Allgemein sind diese Gleichungen nicht lösbar. *Mie* ging bei seinem Lösungsansatz von dem Spezialfall der Störung einer elektromagnetischen Welle durch eine homogene Kugel aus. Die *Mie-Theorie* berücksichtigt dabei sämtliche Phänomene der Lichtstreuung (s. Abb. 3.12) und ist somit immer gültig. Allerdings ist bei der Berechnung der Partikelgrößenverteilung anhand eines gemessenen Partikelkollektivs die Kenntnis des komplexen Brechungsindex, der sich aus dem Absorptionskoeffizienten und dem Brechungsindex zusammensetzt, notwendig.

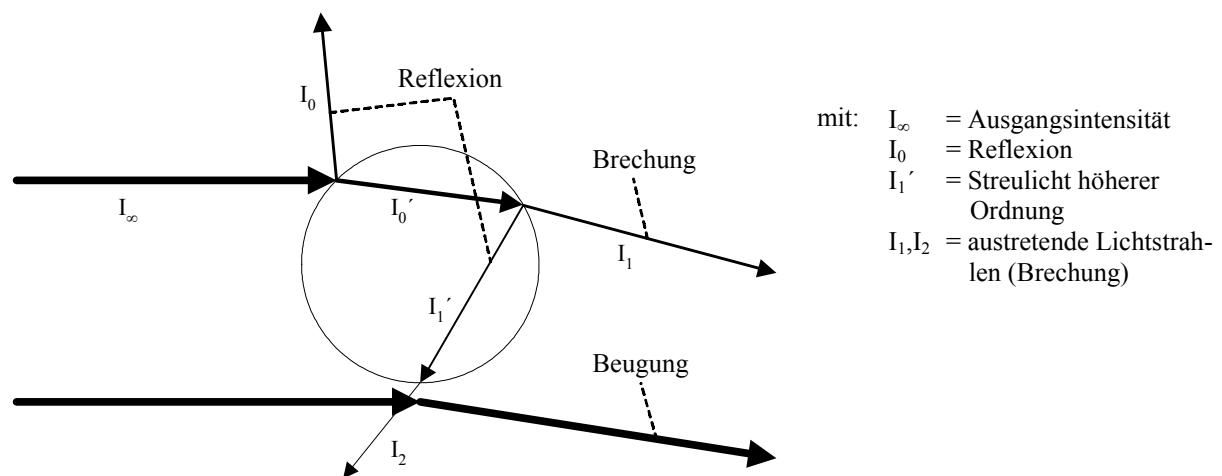


Abb. 3.12 Wechselwirkung von Licht mit einem sphärischen Teilchen.

Für den Fall, dass die Teilchen deutlich größer als die Lichtwellen sind, gelangt man in den Gültigkeitsbereich der *Fraunhofer'schen* Beugung. Im Gegensatz zur *Mie'schen*-Streuung bleiben bei der *Fraunhofer*-Theorie, die als Sonderfall der *Mie*-Theorie angesehen werden kann, Reflexions- und Brechungsphänomene völlig unberücksichtigt. Diese berücksichtigt ausschließlich Beugungerscheinungen an der Partikeloberfläche. Daher ist sogar eine Auswertung von Teilchengemischen mit verschiedenen Brechungsindizes und Absorptionskoeffizienten möglich.

Zur Quantifizierung der Beugungerscheinungen von Teilchen, die um einiges größer als die Lichtwellenlänge sind, ist es vorteilhafter, das vereinfachte *Fraunhofer*-Integral zugrunde zu legen [107].

$$I = I_0 \cdot \left[\frac{2 \cdot J_1(x)}{x} \right]^2 \quad \text{Gl. 3.22}$$

$$x = \frac{2 \cdot \pi \cdot r \cdot s}{\lambda \cdot f} \quad \text{Gl. 3.23}$$

- mit:
- I_0 : Intensität des einfallenden Lichts
 - J_1 : Besselfunktion erster Art und Ordnung
 - r : Teilchenradius
 - s : radialer Abstand zur optischen Achse
 - λ : Wellenlänge des Laserlichts
 - f : Brennweite der Linse

Mit dem *Fraunhofer*-Integral lassen sich die Intensitäten des radialsymmetrischen Beugungsmusters, das bei der Wechselwirkung des Lichts mit sphärischen Teilchen entsteht, vorhersagen. Dabei ist die Intensität von der Teilchengröße abhängig (s. Gl. 3.22 und Gl. 3.23).

Die Auswertung gemessener Streulichtintensitäten kann nach zwei unterschiedlichen numerischen Auswerteverfahren, nach der Histogrammmethode oder der Iterationsmethode, erfolgen [109].

3.5 Grundlagen zur Charakterisierung von Partikelgrößenverteilungen

Die Charakterisierung der im experimentellen Teil gemessenen Partikelgrößenverteilungen erfolgt in Anlehnung an die DIN 66141 [34]. Für eine genaue Analyse der zerstäubten Partikeln und der damit einhergehenden Partikelgrößenverteilung werden im Folgenden einige charakteristische Kenngrößen zur Beschreibung derartiger Verteilungen aufgeführt. Zusätzlich wird die Verteilungsfunktion von *Rosin, Rammler und Sperling* in der von *Bennett* angegebenen Form (*RRSB-Verteilung*) näher erläutert. Letztere wurde ursprünglich zur mathematischen Beschreibung von Volumenverteilungen natürlich vorkommender Pulver entwickelt [35].

3.5.1 Darstellung von Partikelgrößenverteilungen

In der Partikelgrößenanalyse werden je nach Meßmethode unterschiedliche physikalische Teilcheneigenschaften genutzt, um die Feinheit der Partikeln darzustellen. Das Feinheitsmerkmal z hängt somit von der Messtechnik ab. Dabei werden verschiedene physikalische Eigenschaften gemessen. Diese sind:

- a) Geometrische Teilchenabmessungen
 - Charakteristische Länge
 - Fläche
 - Volumen
- b) Sinkgeschwindigkeit (Sedimentationsverfahren)
- c) Teilcheneigenschaften, die eindeutig mit der Teilchengröße zusammenhängen z.B.:
 - Streulicht-Intensität
 - Elektrische Leitfähigkeit
 - Teilchenmasse

In der Praxis hat es sich bewährt, aus den Messergebnissen die entsprechenden Äquivalentdurchmesser zu berechnen [34]. Dieser entspricht bei der Partikelgrößenanalyse mittels Laserdiffraktometers dem Durchmesser einer Kugel gleichen Volumens. Zur Darstellung der Messergebnisse können die Mengenanteile des Feinheitsmerkmals bzw. Äquivalentdurchmessers sowohl als Verteilungssumme $Q(d)$ als auch als Verteilungsdichte $q(d)$ dargestellt werden. Die Verteilungssumme $Q(d)$ gibt den normierten, d.h. auf die Gesamtmenge bezogenen Anteil von Teilchen an, die kleiner als der Äquivalentdurchmesser d sind. Demnach gilt:

$$Q(d_i) = \frac{\sum_{d_{\min}}^{d_i} n_i d_i}{\sum_{d_{\min}}^{d_{\max}} n_i d_i} \quad \text{Gl. 3.24}$$

Die zum Äquivalenthümmesser zugehörige Verteilungssumme $Q(d_i)$ lässt sich aus der Dichteverteilung wie folgt berechnen:

$$Q(d_i) = \int_{d_{\min}}^{d_{\max}} q(d) dd \quad \text{Gl. 3.25}$$

Für die Verteilungsdichte gilt dementsprechend:

$$q(d) = \frac{dQ(d)}{dd} \quad \text{Gl. 3.26}$$

Da bei der Teilchengrößenanalyse im Gegensatz zur mathematischen Statistik nicht nur Anzahlverteilungen als Mengenart möglich sind, wird ein zusätzlicher Index r für die Verteilungssumme bzw. -dichte eingeführt. Daraus ergeben sich die Bezeichnungen $Q_r(d)$ und $q_r(d)$ [36]. In Tabelle 3.3 sind verschiedene Mengenarten mit den entsprechenden Indizes aufgeführt.

Tabelle 3.3 Einteilung der Mengenarten bei der Teilchengrößenanalyse.

Index	Mengenart	Messergebnis
$r=0$	Häufigkeitsverteilung, Anzahlverteilung	$Q_0(d)$ bzw. $q_0(d)$
$r=1$	Längenverteilung	$Q_1(d)$ bzw. $q_1(d)$
$r=2$	Flächenverteilung, Oberflächenverteilung	$Q_2(d)$ bzw. $q_2(d)$
$r=3$	Volumenverteilung	$Q_3(d)$ bzw. $q_3(d)$
$r=3$	Massenverteilung (konst. Feststoffdichte δ)	$Q_3(d)$ bzw. $q_3(d)$

Korngrößenverteilungen verschiedener Mengenarten können am einfachsten mit Hilfe von sog. Momenten ineinander umgerechnet werden. An dieser Stelle wird zur detaillierten Berechnungsmethode auf die weiterführende Literatur [36, 37] verwiesen.

3.5.2 RRSB-Verteilungsfunktion

Zur diskreten Ermittlung von PGVs steht eine Vielzahl von verschiedenen Verteilungsfunktionen zur Verfügung, deren Gleichungen und Anwendungsgebiete in der Literatur [41,42] näher beschrieben werden. Nur selten werden PGVs durch mathematische Verteilungsfunktionen wie etwa der logarithmischen Normalverteilung [43] beschrieben. Meist bieten empirisch entwickelte Verteilungsfunktionen eine weitaus bessere Anpassung an die zu untersuchenden PGVs. Je nach Art der gemessenen Verteilung, z.B. Anzahl- oder Oberflächenverteilung und Mechanismus der Desintegration, weisen bestimmte Verteilungsfunktionen gewisse Vorteile gegenüber anderen auf. Die mittels Laserbeugung ermittelten Volumenverteilungen der zerstäubten Fluide können am besten der *RRSB-Verteilung* [44] beschrieben werden.

$$Q_3(d) = 1 - e^{\left(-\frac{d}{d'}\right)^n} \quad \text{Gl. 3.27}$$

$Q_3(d)$ gibt in dieser Gleichung den Durchgang der Summenverteilung bei einer bestimmten Teilchengröße d an. Von großem Vorteil ist bei dieser Verteilung, dass die PGV eines disper sen Systems anhand von lediglich zwei Parametern, dem Lageparameter d' und dem Streuparameter n bestimmt

wird. Durch zweimaliges Logarithmieren von Gleichung 3.27 erhält man:

$$\lg \lg \frac{1}{(1-Q_3(d))} = n \cdot \lg d - \lg d' + \lg \lg e \quad \text{Gl. 3.28}$$

In einem Netz mit einer nach $\lg \lg 1/(1-Q_3(d))$ geteilten Ordinatenachse und einer nach $\lg d$ geteilten Abszissenachse ergibt deshalb die *RRSB-Funktion* eine Gerade. Sie wird gekennzeichnet durch die Steigung n und die Abszisse d' eines ausgezeichneten Punktes. Für $d = d'$ wird $Q_3(d') = 1 - e^{-1} = 0,632$, d' ist also dem der Durchgangssumme 63,2 % zugeordnete Äquivalentdurchmesser. Der Streuparameter n gibt eine Aussage über die Verteilungsbreite, wobei ein kleiner Zahlenwert für n auf eine breite PGV hinweist.

3.5.3 Charakteristische Kennwerte von Teilchengrößenanalysen

Ein zerstäubtes Fluid besteht aus vielen einzelnen Tropfen bzw. Partikeln mit unterschiedlichen Größen und Geschwindigkeiten. Zur Beschreibung dieser Gesamtheit ist es effizienter, anstelle der gesamten PGV mit durchschnittlichen Partikeldurchmessern zu arbeiten. Dabei sind nicht nur mittlere Partikeldurchmesser, sondern ebenfalls Angaben über die Verteilungsbreite sowie dessen kleinsten und größten Tropfen von Bedeutung [38].

3.5.3.1 Durchschnittliche Partikeldurchmesser

Durchschnittliche Partikeldurchmesser können allgemein vielfältig definiert werden. *Mugle* und *Evans* [39] haben ein Konzept vorgeschlagen, nach dem man eine Vielzahl von mittleren Durchmessern nach folgender Gleichung berechnen kann:

$$d_{j,k} = \left[\frac{\int_{d_{\min}}^{d_{\max}} d^j \frac{dn}{dd} dd}{\int_{d_{\min}}^{d_{\max}} d^k \frac{dn}{dd} dd} \right]^{\frac{1}{j-k}} \quad \text{Gl. 3.29}$$

wobei j und k je nach Mengenart (Anzahl-, Oberflächen-, Volumenverteilung, usw.) jede beliebige Zahl einschließlich Null annehmen können und n die Zahl der gemessenen Tropfen darstellt. Die Summe aus j und k wird als Ordnung des mittleren Durchmessers benannt. Die Differentialgleichung (Gl. 3.29) kann auch als Summe ausgedrückt werden:

$$d_{j,k} = \left[\frac{\sum n_i d_i^j}{\sum n_i d_i^k} \right]^{\frac{1}{j-k}} \quad \text{Gl. 3.30}$$

Hier bezeichnet i den betrachteten Größenbereich (Korngrößenklasse), n_i ist die Anzahl der Partikeln und d_i der mittlere Durchmesser der i -ten Klasse. Demnach ist z.B. $d_{1,0}$ der lineare Durchschnittswert von allen Partikeln des dispersen Systems und $d_{3,0}$ ist der Durchmesser eines Tropfens, dessen Volumen, wenn er mit der Anzahl der Tropfen multipliziert wird, dem Gesamtvolumen der Probe entspricht. Einer der wohl bekanntesten Durchmesser eines Tropfens ist der *Sauter-Durchmesser* $d_{3,2}$ (SMD), der das Verhältnis der Partikeln von Volumen

zur Oberfläche widerspiegelt. Daher erlangte dieser charakteristische Durchmesser besonders bei Austauschprozessen eine große Bedeutung. Diese und andere wichtige mittlere Durchmesser sind in der nachfolgenden Tabelle aufgelistet:

Tabelle 3.4 Gebräuchliche mittlere Partikeldurchmesser.

j	k	Ordnung	Symbol	Bezeichnung des mittleren Durchmessers	Berechnung
1	0	1	$d_{1,0}$	Länge	$\frac{\sum n_i d_i}{\sum n_i}$
2	0	2	$d_{2,0}$	Oberfläche	$\left(\frac{\sum n_i d_i^2}{\sum n_i} \right)^{\frac{1}{2}}$
3	0	3	$d_{3,0}$	Volumen	$\left(\frac{\sum n_i d_i^3}{\sum n_i} \right)^{\frac{1}{3}}$
2	1	3	$d_{2,1}$	Oberfläche – Länge	$\frac{\sum n_i d_i^2}{\sum n_i d_i}$
3	2	5	$d_{3,2}$	Sauter (SMD)	$\frac{\sum n_i d_i^3}{\sum n_i d_i^2}$

3.5.3.2 Charakteristische Äquivalentdurchmesser

Viele Autoren verwenden zur Erläuterung der Messergebnisse charakteristische Teilchengrößen, die bestimmten Werten der Verteilungssumme $Q_r(d)$ zugeordnet sind. Der Index r gibt hier wieder die Mengenart der Verteilung an. Mit $d_{a,r}$ bezeichnet man diejenigen Teilchengrößen, bei denen die Verteilungssumme Q_r den Wert a annimmt:

$$Q_r(d_{a,r}) = \int_d^{d_{a,r}} q_r(d) dd = a \quad \text{Gl. 3.31}$$

Daraus ergeben sich z.B. folgende Kennwerte:

- Medianwert: $d_{50,r}$ bei $Q_r = 0,5$ bzw. 50 %
- Quartile: $d_{25,r}$ bei $Q_r = 0,25$ bzw. 25 %
 $d_{75,r}$ bei $Q_r = 0,75$ bzw. 75 %
- Max. Tropfen: $d_{99,9,r}$ bei $Q_r = 0,999$ bzw. 99,9 %

Im experimentellen Teil dieser Arbeit werden zur Diskussion der gemessenen PGV vornehmlich der Medianwert und der maximale Teilchendurchmesser zugrunde gelegt.

3.5.3.3 Kennwerte zur Verteilungsbreite

Die Kenntnis über einen bestimmten Lagewert bzw. charakteristischen Teilchendurchmesser genügt nicht, um näher auf die gesamte PGV zu schließen. So können beispielsweise PGV einen gleichen Lagewert besitzen, aber sich gänzlich im Grob- und Feinanteil unterscheiden. Daher wurden von verschiedenen Autoren unterschiedliche Kennwerte zur Verteilungsbreite vorgeschlagen.

Index der Teilcheneinheitlichkeit

Tate [40] schlägt einen Index für die Tropfeneinheitlichkeit vor, um die Verteilungsbreite einer gegebenen PGV zu beschreiben. Der Index wird wie folgt beschrieben:

$$\text{Index der Verteilungsbreite} = \frac{\sum_i V_i (d_{50\%,3} - d_i)}{d_{50\%,3}} \quad \text{Gl. 3.32}$$

wobei d_i der Mittelwert und V_i der Anteil der Volumenverteilung in der entsprechenden Teilchengrößenklasse i ist. Dieser Ausdruck gibt die Verteilungsbreite, unter Berücksichtigung aller diskreten Teilchengrößenklassen, relativ zum Medianwert an.

Faktor der relativen Breite

Dieser Parameter wird durch folgende Gleichung definiert:

$$\Delta = \frac{d_{90\%,r} - d_{10\%,r}}{d_{50\%,r}} \quad \text{Gl. 3.33}$$

Er beschreibt die Spannweite von Teilchengrößen relativ zum Medianwert und kann auf alle Mengenarten angewendet werden. Bei der Annahme einer *RRSB-Verteilung* erhält man eine Funktion die lediglich vom Streuparameter n abhängig ist.

$$\Delta = 3,322^{\frac{1}{n}} - 0,152^{\frac{1}{n}} \quad \text{Gl. 3.34}$$

Dispersions Index

Eine weitere Möglichkeit um Informationen über die relative Verteilungsbreite zu erhalten, liegt in der Berechnung des sog. „Dispersions Index“. Er wird durch folgende Gleichung bestimmt:

$$\delta = \int_0^{d_{\max}} d \frac{dQ}{dd} dd \quad \text{Gl. 3.35}$$

Bei Annahme einer *RRSB-Verteilung* wird dieser Index durch Gleichung (Gl. 3.36) beschrieben.

$$\delta = \int_0^{d_{\max}} n \left(\frac{d}{d'} \right)^n e^{\left[-\left(\frac{d}{d'} \right)^n \right]} dd \quad \text{Gl. 3.36}$$

Anzumerken ist, dass der Index nicht nur vom Streuparameter n , sondern auch vom Lageparameter d' abhängig ist.

Weitere Kenngrößen zur Beschreibung von Verteilungsbreiten sind in [41] aufgeführt.

4 Experimenteller Teil

4.1 Ultraschallstehwellenzerstäubung

In diesem Kapitel wird über die Ultraschallstehwellenzerstäubung von unterschiedlichen fluiden Medien berichtet. In ersten Versuchen wurden vornehmlich Polymerlösungen charakterisiert. Mit ihnen kann der Einfluss von unterschiedlichen Stoffparametern, z.B. Viskosität, Oberflächenspannung und Dichte, auf den Desintegrationsprozess ohne großen apparativen Aufwand bestimmt werden. Zudem wird anhand dieser Testsubstanzen auch der Einfluss von unterschiedlichen Verfahrensparametern, wie beispielsweise Variation des Anstellwinkels, der Lenkluft und Düsengeometrie auf die USZ näher betrachtet. Zur Beurteilung der USZ-Technik als Applikationsverfahren von Beschichtungsstoffen wird die Auswirkung einer elektrostatischen Unterstützung auf den Desintegrationsprozess näher untersucht.

Neben der Verarbeitung von Beschichtungsstoffen ist die Herstellung von Feststoffpartikeln aus der Schmelze, insbesondere von Pulverlacken, eine unserer wesentlichen Zielsetzungen der USZ. Daher werden neben Polymerlösungen auch reine Polymerschmelzen zu feinen Pulvern zerstäubt, um so zu klären, inwieweit ihr Desintegrationsverhalten mit dem der gelösten Filmbildner übereinstimmen.

Fotografische Nanolight-Aufnahmen und interferometrische Messungen dienen zur Aufklärung der Phänomene bzw. Mechanismen des Desintegrationsprozesses.

4.1.1 Erzeugung des Ultraschallstehwellenfeldes

Zur Erzeugung des Ultraschallstehwellenfeldes wird eine Ultraschallanlage der Fa. *Branson* verwendet. Sie besteht aus den Schwingereinheiten und Ultraschallgeneratoren (s. Abb. 4.1).

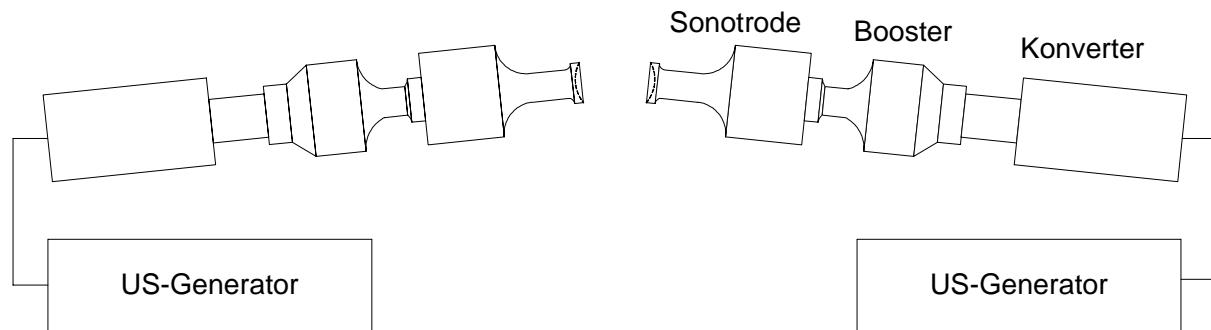


Abb. 4.1 Versuchsaufbau zur Erzeugung des Ultraschallstehwellenfeldes.

Die Schwingereinheit, das Kernstück der USZ-Anlage, besteht aus Sonotrode, Booster und Konverter. Betrieben werden die Schwingereinheiten mit den Ultraschallgeneratoren im Frequenzbereich zwischen 19500 und 20500 Hz. Dazu transformieren sie die niederfrequente Netzspannung von 50 Hz auf die Resonanzfrequenz der Schwinger von etwa 20000 Hz. Die so erzeugte hochfrequente elektrische Spannung wird im Konverter mittels gekoppelter Piezo-Keramikscheiben in mechanische Schwingungen der gleichen Frequenz umgewandelt. Bei voller Generatorleistung erhält man an den Kopplungsflächen des Konverters Schwingungsamplituden von bis zu 6 μm , die durch den nachfolgenden Booster (Übersetzungsverhältnis 1:2,5) und durch die Sonotrode (Übersetzungsverhältnis 1:8,33) verstärkt werden. Das Übersetzungsverhältnis der beiden Bauteile entspricht dabei dem Verhältnis der jeweils angrenzenden Flächen zueinander. An den Sonotrodenstirnflächen stehen Schwingungsamplituden von bis zu 125 μm zur Verfügung.

Zur Erzeugung eines quasistationären Ultraschallstehwellenfeldes werden die Schwinger je nach Anstellwinkel α mit einem bestimmten Sonotrodenabstand X_S gegeneinander ausgerichtet, wobei beide Schwinger zugleich als Reflektor des jeweils anderen Schwingers fungieren (s. Abb. 4.2).

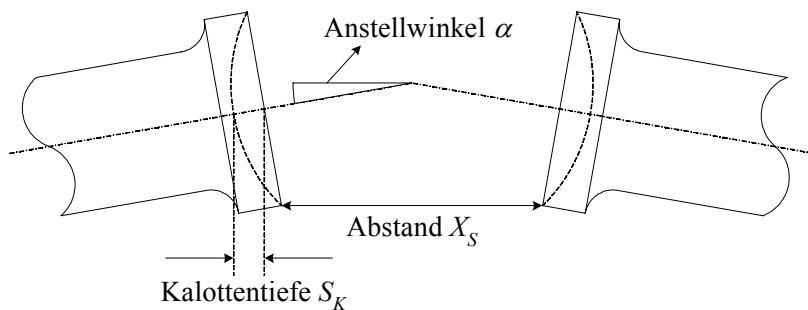


Abb. 4.2 Sonotrodengeometrie und –ausrichtung.

Die Desintegration des Fluids erfolgt im Zentrum zwischen den beiden gegenüberliegenden Schwingereinheiten. Um die Energiedichte im Zerstäubungsbereich zwischen den Sonotroden weiter zu steigern, werden bei allen durchgeführten Messungen konkav geformte Sonotrodenstirnflächen mit einem Radius von 17,5 mm und einer eingefrästen kugelförmigen Kalotte (Kalottenradius = 35 mm) mit einer Kalottentiefe S_K von 4,7 mm verwendet. Diese bewirken eine Fokussierung der emittierten Schallwellen. Experimentell konnte gezeigt werden, dass beim Einsatz von konkaven Sonotroden (anstelle von planaren Sonotroden) mit einem Kalottenradius zwischen 30 und 35 mm die Schallwechseldruckamplitude um bis zu 100% gestei-

gert werden kann [45]. Für die Krümmung der Stirnflächen gelten ähnliche Gesetzmäßigkeiten wie bei der Konstruktion von Spiegelresonatoren in der Optik [46].

4.1.1.1 Temperatureinfluss auf die Swingerfrequenz

Die Schwingereinheiten erwärmen sich während des Schallbetriebs, wodurch sich die Betriebsfrequenz des Systems verschiebt. Daher sind die Ultraschallgeneratoren mit einem speziellen Modul ausgestattet, das aktiv in Abhängigkeit der Resonanzfrequenz der Swinger die Schwingungsfrequenz nachregelt. Dadurch wird auch bei beträchtlicher Verschiebung der Resonanzfrequenz der Schwingereinheiten aufgrund von Temperatureffekten eine kontinuierliche Betriebsweise gewährleistet. In Abb. 4.3 ist der Temperatureinfluss auf die Betriebsfrequenz der beiden Schwingereinheiten dargestellt. Die gemessene Temperatur bezieht sich dabei auf die durchschnittliche Sonotrodentemperatur und nicht auf die gesamte Schwingereinheit. Die Angabe der Bezugstemperatur ist erforderlich, da je nach eingestellter Schwingungsamplitude und Verfahrensweise (mit oder ohne erwärmer Luft) zwischen Konverter, Booster und Sonotrode ein mehr oder weniger großer Temperaturgradient anliegt.

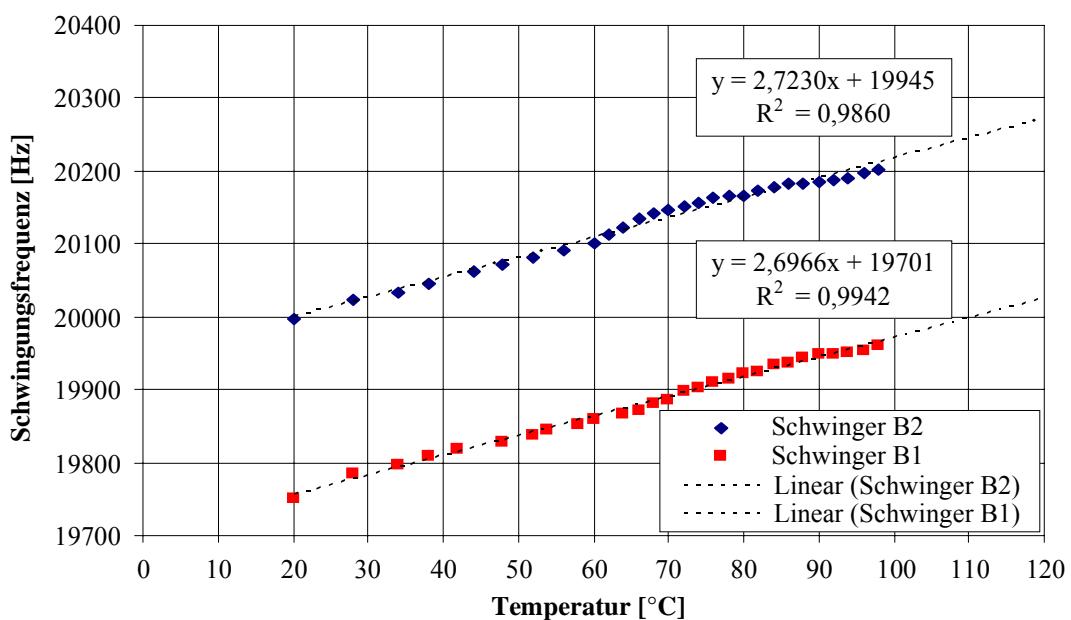


Abb. 4.3 Einfluss der durchschnittlichen Sonotrodentemperatur auf die Betriebsfrequenz der Schwingersysteme.

Beide verwendeten Schwingereinheiten B1 und B2 zeigen eine nahezu lineare Abhängigkeit der Schwingungsfrequenz von der durchschnittlichen Sonotrodentemperatur. Zudem sind die Frequenzänderungen mit der Temperatur für beide Schwingereinheiten aufgrund vergleichba-

rer Steigungen nahezu identisch, so dass die Frequenzdifferenz bzw. die Schwebungsfrequenz zwischen beiden konstant bleibt. Ein weitgehend stabiles Ultraschallstehwellenfeld ist die Folge.

4.1.1.2 Einfluss der Betriebsdauer auf die Swingerfrequenz

Wie zuvor erwähnt, ändern sich mit der Betriebsdauer die Frequenzen der Schwingereinheiten. In Abb. 4.4 ist der zeitliche Verlauf der Schwingungsfrequenzen unter Normalbedingung dargestellt. Nach einer anfangs starken Veränderung der Schwingungsfrequenzen in einem Zeitraum bis etwa 250 s, findet eine weitaus geringere Frequenzzunahme statt, bis schließlich nach etwa 2700 s bzw. 45 min ein quasistationärer Zustand unter Normalbedingung erreicht wird. Aufgrund dieses Frequenzverhaltens der Schwingereinheiten werden die Untersuchungen der USZ bezüglich der Zerstäubungsqualität erst nach einer gewissen Einschwingdauer begonnen. Als besonders geeignet hat sich eine Einschwingphase von etwa 10 min herausgestellt, da sich dann für die Schwingungsfrequenzen bei den meist relativ kurzen Messzeiten kaum Änderungen ergeben.

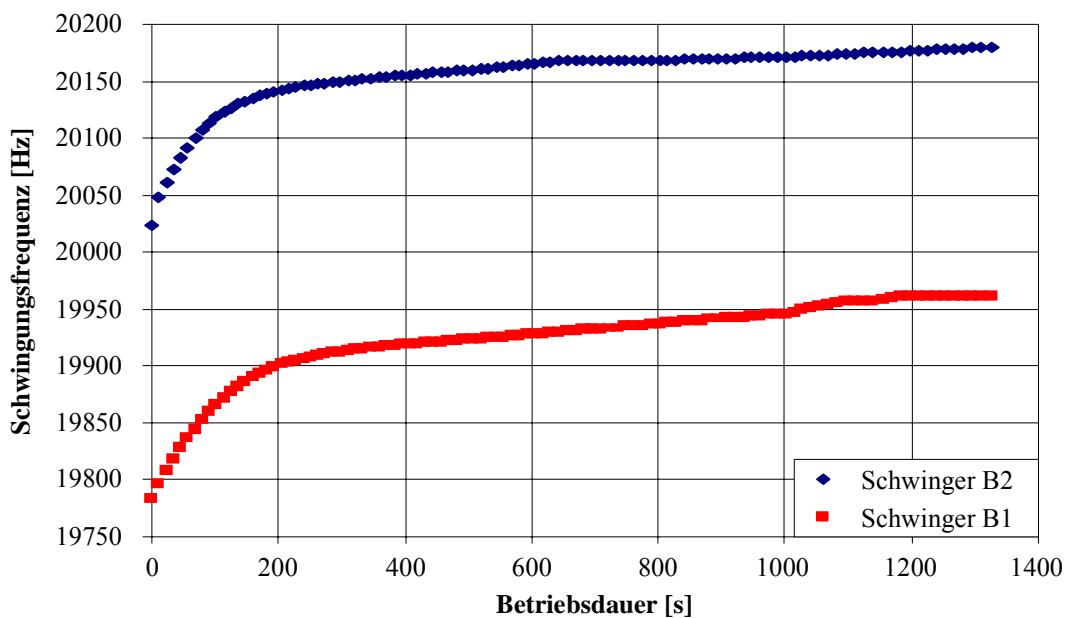


Abb. 4.4 Einfluss der Betriebsdauer auf die Schwingungsfrequenz unter Normalbedingung.

4.1.2 Mechanismus der USZ

Zur Klärung des Desintegrationsmechanismus der USZ werden unterschiedliche Untersuchungen durchgeführt. Neue Erkenntnisse bezüglich des Desintegrationsprozesses sollen mit Hilfe von interferometrischen Aufnahmen in Abwesenheit einer dispersen Flüssigphase sowie der Hochgeschwindigkeits-Blitzlichtfotografie mit einer kontinuierlichen Fluidzerstäubung gewonnen werden. Dabei wird auch die Leistungsaufnahme der Ultraschallschwinger mit berücksichtigt.

4.1.2.1 Interferometrische Schallfelduntersuchungen

Die entstehenden Schallfelder bzw. Stehwellenfelder der USZ-Anlage werden mit einem *Mach-Zehnder-Interferometer* (Abb. 4.5) der Fa. Zeiss am ITLR in Stuttgart untersucht. Mit dem Gerät werden Dichteunterschiede der Luft gemessen, die sich im Schallfeld zwischen den Schwingereinheiten ergeben. Dazu wird das Licht einer Quecksilberdampflampe mit der Wellenlänge von 546,1 nm in zwei Teile über einen halbdurchlässigen Spiegel aufgeteilt.

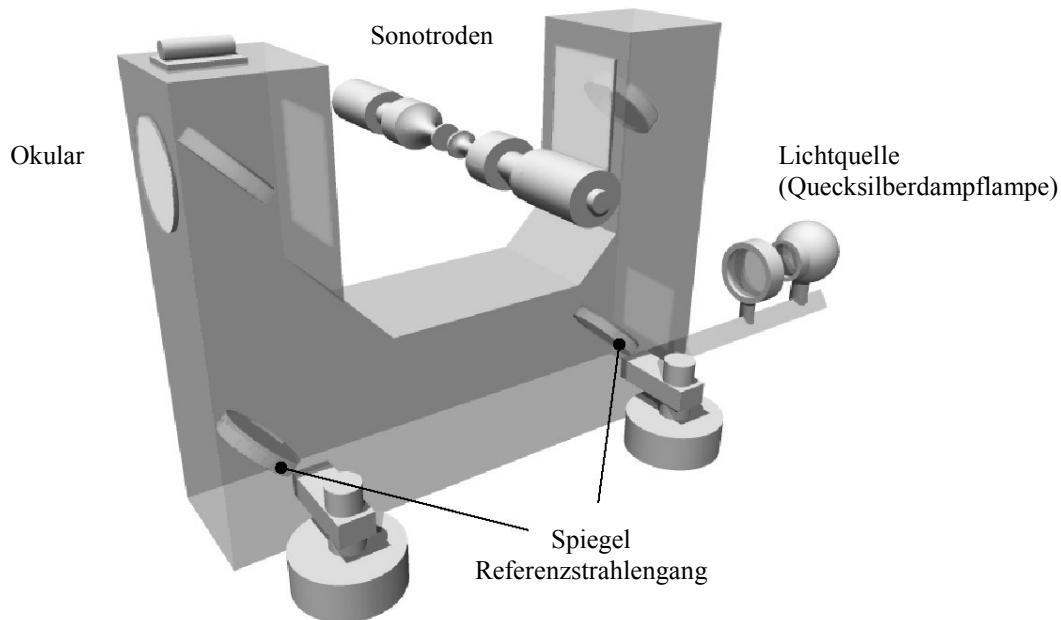


Abb. 4.5 Aufbau des *Mach-Zehnder-Interferometers* [33].

Ein Teil des aufgeteilten Messstrahles durchtritt das Schallfeld, wohingegen der andere Teil am Objekt vorbeigeführt wird (Referenzstrahlengang). Die beiden Strahlengänge, die die gleiche Wegstrecke durchlaufen, interferieren miteinander, nachdem sie hinter dem Objekt

wiedervereinigt worden sind. Die Interferenzbilder werden aufgenommen und ausgewertet. Das Verfahren bietet den Vorteil, Schallfelder störungsfrei zu untersuchen, ohne dass Sonden zur Messung eingebracht werden müssen. Die mit der kontinuierlichen Lichtquelle aufgenommen Interferenzbilder stellen zeitlich gemittelte Dichteunterschiede dar. Bei Verwendung eines synchronisierten Blitzgerätes könnten auch zeitaufgelöste quantitative Informationen über die Ultraschallfelder gewonnen werden.

Abb. 4.6 zeigt Interferenzbilder für ein konkav Doppelschwingersystem bei Variation des Anstellwinkels und des Sonotrodenabstandes. Außerdem ist in den beiden Fotografien der ersten Zeile jeweils als Störquelle eine Düse mit einem Durchmesser von 3 cm eingebracht, um so auch Auswirkungen und Rückkopplungen auf das Ultraschallstehwellenfeld zu erkennen. Ein visueller Vergleich mit Aufnahmen der ungestörten Schallfelder erlaubt keine eindeutige Aussage über die Wirkung der Störquelle auf das Schallfeld. *Andersen* [53] kam zu dem Ergebnis, dass lediglich größere Lamellen zu einer deutlichen Änderung des Schallfeldes führen.

Auf allen Interferometer-Aufnahmen sind wegen des Aufheizens der Schwingereinheiten konvektive Wärmeströmungen in der Umgebung der Sonotroden als schwarze Schatten zu erkennen. Auf der linken Seite der Abb. 4.6 sind jeweils zwei Bäuche zu erkennen. Sie sind die Folge optimaler Resonanzabstände eines 3-Knotenfeldes. Die Bilder in der rechten Spalte entsprechen den optimalen Resonanzabständen der 5-Knotenfelder. Insbesondere ist anzumerken, dass der Sonotrodenabstand X_S zum Erhalt des optimalen Resonanzabstandes um 0,6 mm pro Grad Erhöhung des Anstellwinkels reduziert werden muss. Dieser Tatbestand stimmt recht gut mit den Ergebnissen der Arbeit von *Reiter* [52] überein, in der ebenfalls Schallwechseldruckmessungen in Abhängigkeit des Anstellwinkels durchgeführt wurden. Des Weiteren verschiebt sich das Schallfeld mit zunehmendem Anstellwinkel aus dem Zentrum der Sonotrodenflächen, wodurch sich die Ausdehnung der Schallbäuche verringert. Daher verlieren die Schallfelder bei Anstellwinkeln größer 6° stark an Intensität. Aufgrund der konkaven Sonotrodenform sind in allen dargestellten Schwingungskonfigurationen die äußeren Hälften der Schwingungsbäuche stark deformiert und nicht mehr rotationssymmetrisch. Die Auswirkungen des Anstellwinkels auf die Desintegration werden auf S. 63 näher beschrieben.

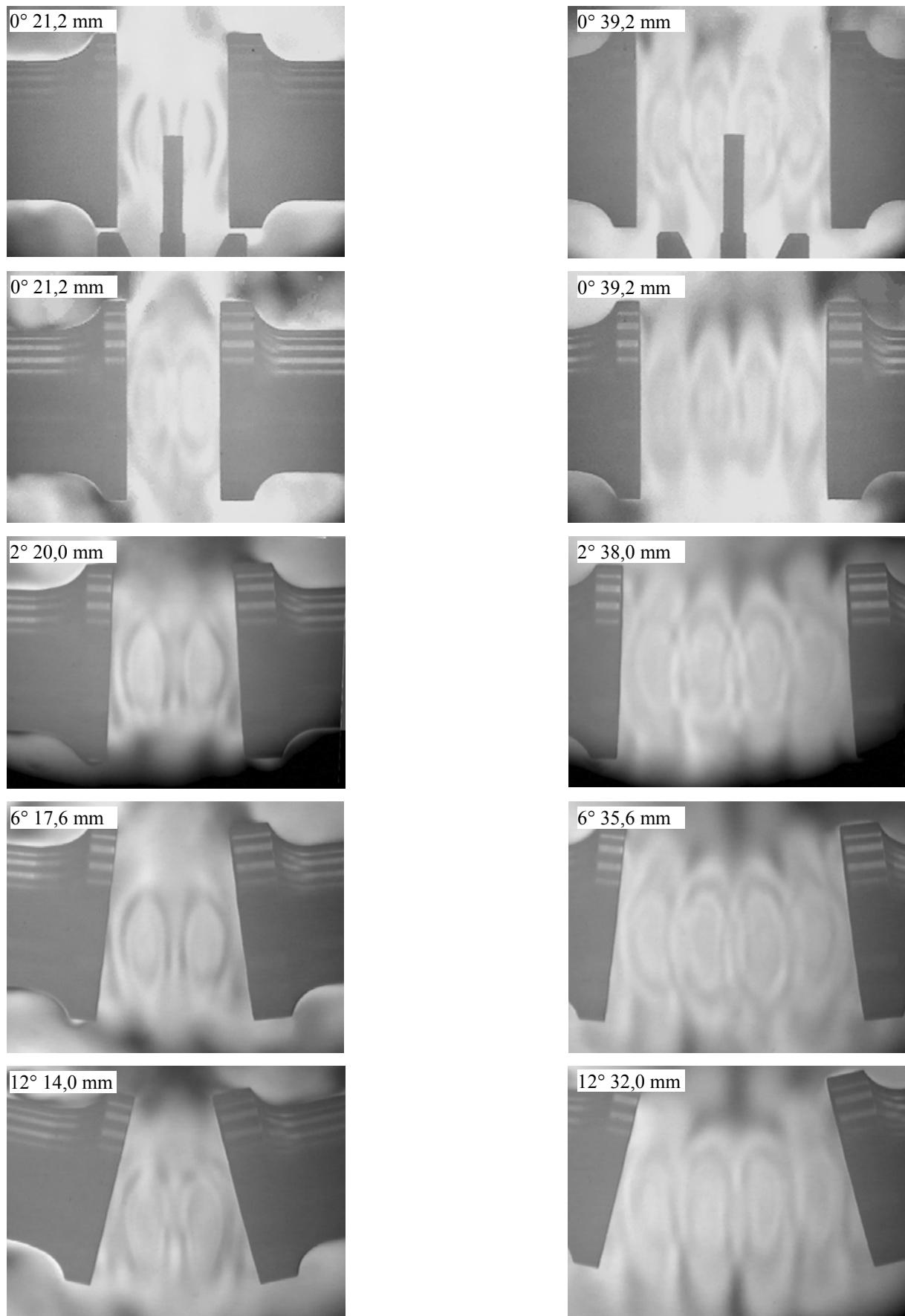


Abb. 4.6 Interferenzbilder bei Variation des Anstellwinkels α und des Abstandes X_s zwischen den Sonotroden.

4.1.2.2 Untersuchung der kontinuierlichen USZ von Fluiden

Kräfte zur Deformation und Desintegration eines Fluidstrahls

Der Zerstäubungsprozess eines Fluids im resonanten Ultraschallstehwellenfeld kann in zwei Teilprozesse unterteilt werden:

- Deformation des Fluidstrahls aufgrund des Schallstrahlungsdrucks sowie des *Bernoulli-Sogs*
- Zerfall in einzelne Partikeln durch aerodynamisches Zerwellen der Lamelle, gefördert durch die oszillierenden Gasteilchen

Die Kräfte, die auf einen schwebenden Tropfen im Ultraschallstehwellenfeld wirken, sind anhand von Levitationsexperimenten weitestgehend beschrieben und diskutiert worden [5,7,54]. In der Abb. 4.7 ist schematisch die Druckbilanz eines Tropfens im Ultraschallstehwellenfeld dargestellt.

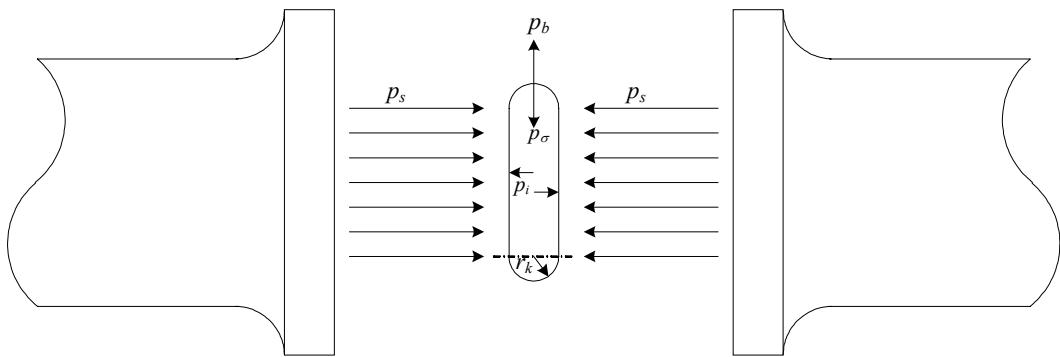


Abb. 4.7 Schematische Darstellung der Kräftebilanz eines Tropfens im Ultraschallstehwellenfeld.

Ein zuvor kreisrunder Tropfen wird im resonanten Ultraschallstehwellenfeld bei Erhöhung der Schwingungsamplitude zunehmend zu einer Scheibe deformiert. Verantwortlich dafür sind einerseits der Schallstrahlungsdruck, der als Kraft senkrecht auf die Lamelle des Fluids wirkt und andererseits der *Bernoulli-Sog*, durch dessen Kraft das Fluid auseinander gezogen wird. Der Schallstrahlungsdruck tritt erst in Erscheinung, wenn eine Störquelle in das Ultraschallstehwellenfeld eingebracht wird. In einem ungestörten Schallfeld ist der zeitliche Mittelwert des Schallwechseldrucks Null, da sich die schnell aufeinander folgenden Druckschwankungen aufheben. Genau dies wird durch ein Hindernis unterbunden, wodurch die mitgeführte Energie einen Schallstrahlungsdruck p_s , auf das Fluid ausübt. Der Schallstrahlungsdruck p_s setzt sich aus einem symmetrischen und einem asymmetrischen Teil zusammen [5]. Da bei der USZ der Fluidstrahl im Zentrum des Druckknotens im Ultraschallstehwellen-

feld desintegriert wird, kann der asymmetrische Schallstrahlungsdruck vernachlässigt werden [55]. Die Kräfte, die einer Abflachung des Fluids zu einer dünnen Lamelle entgegenwirken, sind die Oberflächenspannung p_σ und der innere Druck p_i des Fluids. Sowohl der Schallstrahlungsdruck p_s , als auch der *Bernoulli*-Sog p_b hängen von den Bedingungen des Schallfeldes ab. Die analytischen Gleichungen zur Berechnung dieser Kräfte sind in [5] aufgeführt. Demzufolge ergeben sich folgende Proportionalitäten für den Schallstrahlungsdruck:

$$p_s \propto \frac{p_{\max}^2}{2\rho_0 c_0^2} = \frac{1}{2} \rho_0 u_{\max}^2 \quad \text{Gl. 4.1}$$

und den *Bernoulli*-Sog:

$$p_b \propto -\frac{1}{2} \rho_0 u_{\max}^2 \quad \text{Gl. 4.2}$$

Entsprechend den Gleichungen (Gl. 4.1) und (Gl. 4.2) sind die aus p_s und p_b resultierenden Desintegrationskräfte abhängig von der Dichte des umgebenden Mediums ρ_0 und damit auch vom Umgebungsdruck p_0 sowie von der maximalen Schallschnelle u_{\max} bzw. vom maximalen Schallwechseldruck p_{\max} . Aufgrund des quadratischen Terms begünstigen vor allem hohe Schallschnellen bzw. Schallwechseldruckamplituden eine Zerstäubung zu feineren Teilchen. Auch eine Erhöhung der Dichte des umgebenden Mediums ist für den Desintegrationsprozess hilfreich. Daher wurden USZ-Versuche auch in Überdruckkammern mit bis zu 16 bar durchgeführt [25]. Zum Einsatz kamen dabei überwiegend Metall- und Glasschmelzen [30, 53, 56].

Untersuchung der USZ bei kontinuierlicher Zerstäubung

Bei der kontinuierlichen Zerstäubung wird ein Flüssigkeitsstrang mittels einer geeigneten Düse in den Druckknoten eines resonanten Ultraschallstehwellenfeldes eingebracht. An der Düse bildet sich eine quasistationäre Lamelle parallel zu den Sonotrodenstirnflächen aus, deren Form und Größe dabei stark von den jeweiligen Kräften abhängt. Es werden zur Untersuchung der Lamellenbildung und deren Zerfall während der Desintegration Videosequenzen aufgenommen. Da sich die Partikelbildung in Millisekunden abspielt, sind spezielle Aufnahmetechniken notwendig. Um Bewegungsunschärfen zu vermeiden, kommt ein sog. Nanolight- Gerät (Stroboskopblitzlicht) der Firma *Impulsphysik* mit einer Blitzdauer von etwa 8-16

ns in Verbindung mit einer Digital-Videokamera mit Nahlinse zum Einsatz. Der schematische Aufbau der Anlage ist in Abb. 4.8 dargestellt. Die Videokamera wird von schräg oben auf die Lamelle ausgerichtet, um Blitzlichtaufnahmen im Gegenlicht durchführen zu können. Daher erscheinen die Aufnahmen der Lamellen ellipsoid.

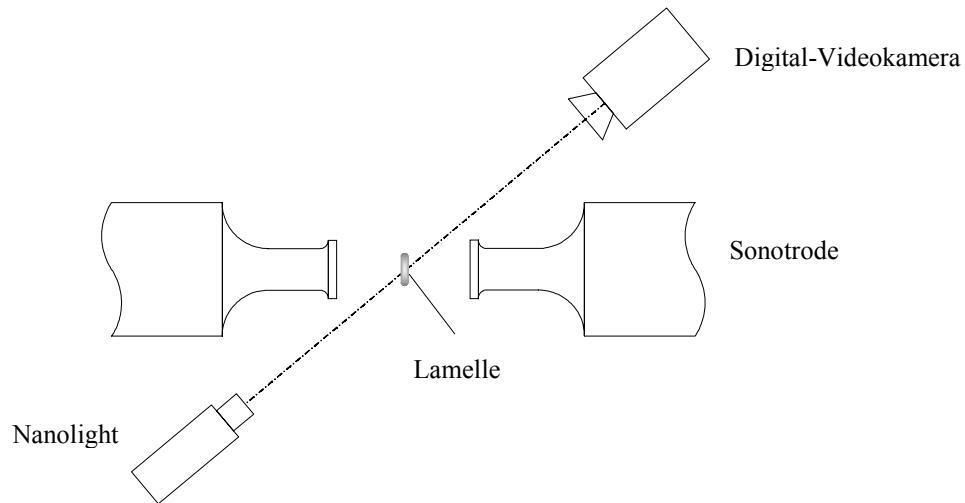


Abb. 4.8 Schematischer Aufbau der Blitzlichtuntersuchungen.

Abb. 4.9 zeigt Blitzlichtaufnahmen der entstehenden Lamelle bei Variation der Schwingungsamplitude im Gegenlicht. Als Fluid wurde das in BDGA gelöstes Epoxidharz Beckopox EP304 mit einer Viskosität von 482 mPa·s, einer Dichte von 1,062 g/cm³ und einer Oberflächenspannung von 31,3 mN/m verwendet. Eingestellt wurde ein Massenstrom von 100 g/min unter Variation der Schwingungsamplitude.

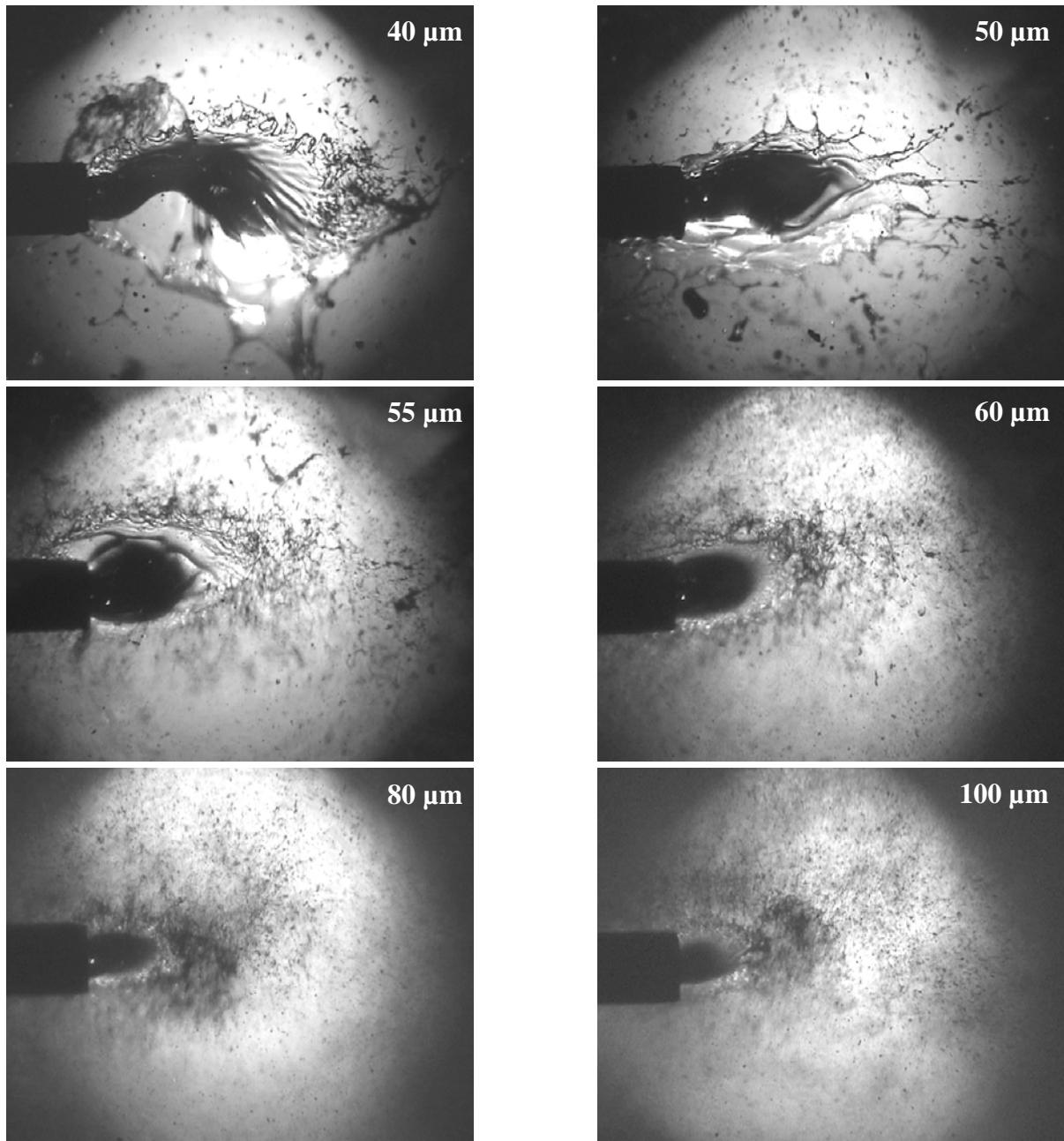


Abb. 4.9 Kontinuierliche Desintegration eines Fluids bei Variation der Schwingungsamplitude im Bereich von 40 – 120 μm .

Anhand der Aufnahmen ist zu erkennen, dass sich bei relativ geringen Schwingungsamplituden bzw. Schallintensitäten bis etwa 60 μm große instationäre Lamellen bilden, die erst außerhalb des Druckknotens zerfallen. Unter diesen Bedingungen sind gegenüber einem ungestörten, sich in Resonanz befindlichen Schallfeld, überproportional starke Leistungsabfälle der Generatoren zu verzeichnen (s. Abb. 4.10).

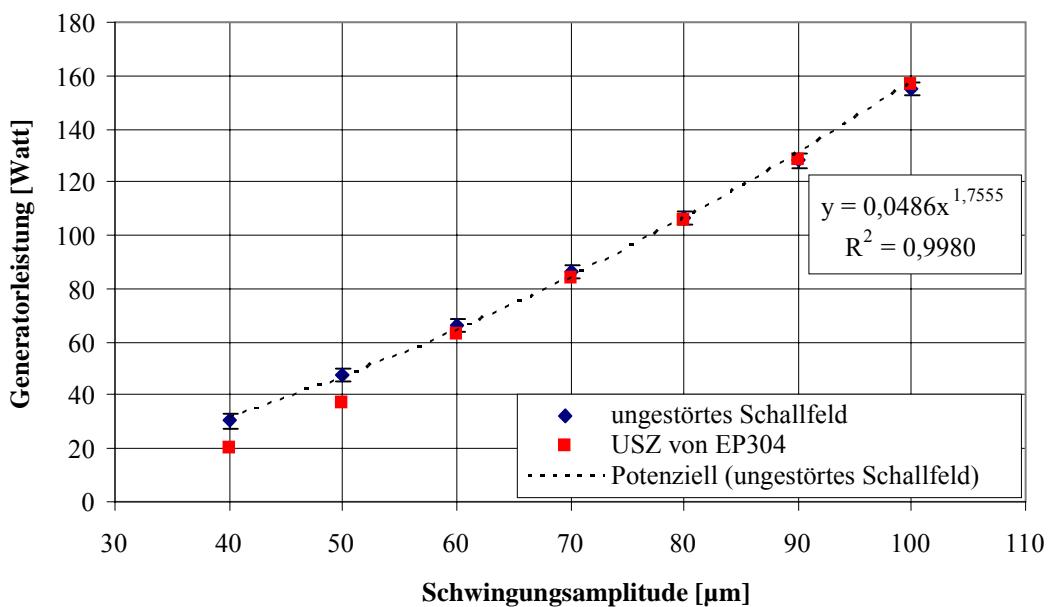


Abb. 4.10 Generatorleistung in Abhängigkeit der Schwingungsamplitude in einem 5-Knotenfeld mit und ohne Zerstäubung von EP304 (482 mPa·s, 100g/min).

Aufgrund der unterschiedlichen akustischen Impedanz zwischen dem Fluid und dem umgebenden Medium fungieren die großen Flüssigkeitsfilme bzw. Lamellen als Schallabsorber. Dadurch befindet sich das System nicht mehr in Resonanz und die Ultraschallgeneratoren benötigen weniger Leistung, um die vorgegebene Amplitude konstant zu halten.

Offensichtlich spielen bei der USZ zwei unterschiedliche Desintegrationsmechanismen eine Rolle. Sind die Schallintensitäten zu gering, bilden sich große instationäre Lamellen, die das Schallfeld stark beeinflussen und somit die Resonanzbedingung für das Stehwellenfeld durch starke Schallabsorption aufheben. Erst ab einer sog. Mindestamplitude, die vom Fluid und den Verfahrensparametern abhängig ist, findet eine kontinuierliche Desintegration mit einer stationären Lamelle statt. Dieses Phänomen hat natürlich auch Auswirkungen auf die resultierende Partikelgrößenverteilung. Nähere Einzelheiten hierzu werden auf S. 77ff aufgeführt.

Lamellenzerfall

Der Zerfall der Lamelle bei der USZ ist von den Materialeigenschaften des Fluids, den verwendeten Verfahrensparametern sowie vom Schallwechseldruck abhängig. Bei relativ geringen Schallintensitäten lösen sich wenige große Fäden wie Finger aus der Lamelle ab, die dann teilweise weiter zerfallen (s. Abb. 4.11). Dieser Mechanismus erinnert an die Lamellenablösung einer Hochrotationszerstäubung [57].

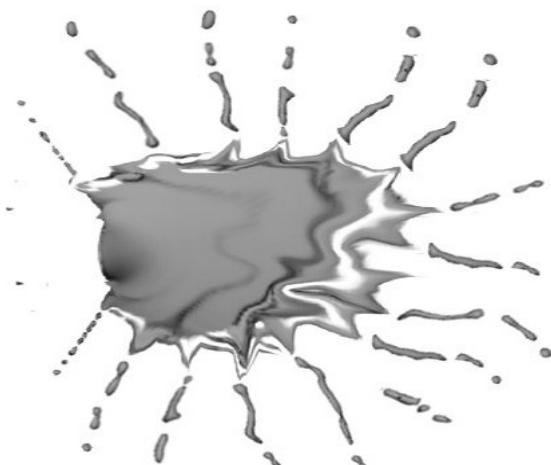
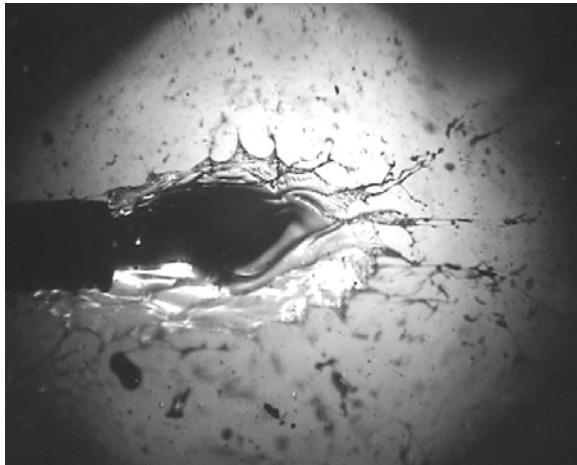


Abb. 4.11 Zerfall der Lamelle bei niedrigen Schallintensitäten (links: Nanolight-Aufnahme, rechts: schematische Darstellung).

Wird die Schallintensität erhöht, so werden die Schallkräfte (Schallstrahlungsdruck und *Bernoulli*-Sog) größer, so dass die Lamelle zu einer immer dünneren Scheibe geformt wird. Der anschließende Zerfallmechanismus ist mit dem Zerfallmechanismus des aerodynamischen Zerwellens [62,63] einer Lamelle vergleichbar, wobei die oszillierenden Teilchen die Instabilität der Lamelle begünstigen.

In Abb. 4.12 ist neben einer Nanolight-Aufnahme das Simulationsergebnis einer kontinuierlichen USZ bei hohen Schallintensitäten [33] dargestellt. Es ist zu erkennen, dass sich um die Lamelle herum kreisbogenförmig konzentrisch ausbreitende Fäden bilden, die nach der klassischen Theorie von *Rayleigh* und *Weber* [58,61] in Tropfen zerfallen. Ebenfalls können je nach Versuchsbedingung ein sekundärer und tertiärer Zerfall eine Rolle spielen [59,60].

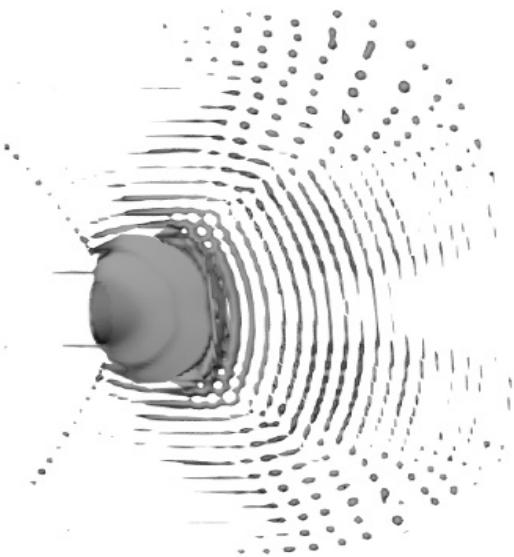
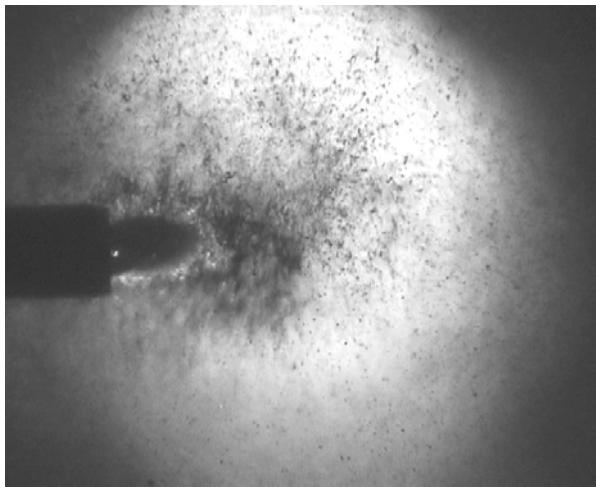


Abb. 4.12 Zerfall der Lamelle bei hohen Schallintensitäten (links: Nanolight-Aufnahme, rechts: Simulationsergebnis).

Wie bereits oben erwähnt, wirken die Oberflächenspannung p_σ und der innere Druck p_i des Fluids einer Abflachung des Flüssigkeitsstrangs zu einer dünnen Lamelle entgegen. Die Oberflächenspannung wirkt dabei gleich zweifach gegen den Zerfall der Lamelle zu kleinen Teilchen. Bei der Lamellenbildung fungiert sie als Rückstellkraft gegen das Abflachen und Ausbreiten der Lamelle. Bei der Tropfenbildung verhindert sie das Entstehen sehr feiner Teilchen.

Rücksprüheffekte bei der USZ

Bei der kontinuierlichen USZ spielen auch Rücksprüheffekte eine wesentliche Rolle. Zunächst wird das in den Knotenpunkt des Ultraschallstehwellenfeldes eingebrachte Fluid zu einer dünnen Lamelle deformiert. Durch das Zusammenpressen des Flüssigkeitsstrangs aufgrund der Schallkräfte erfährt das Fluid einen Impuls entgegengesetzt zur Einströmrichtung. Dadurch dehnt sich die Lamelle nicht nur entlang der Einströmrichtung, sondern auch gegen diese aus und umschließt die Düse. Dieser Effekt ist anhand der Nanolight-Aufnahmen in Abb. 4.9 gut zu erkennen. Zum einen kriecht ein Flüssigkeitsfilm an der Düse hinauf und zum anderen fliegen Flüssigkeitstropfen entgegen der Einströmrichtung partiell nach hinten. Dieses Phänomen führt neben einem Materialverlust auch zu einer unerwünschten Verschmutzung der USZ-Anlage. Um den nachteiligen Rücksprüheffekt bei der USZ zu vermindern oder sogar zu beseitigen, müssen die Parameter Düsenposition, Sonotrodenanstellwinkel und Lenkluft aufeinander abgestimmt werden. Auch eine elektrostatische Aufladung des Fluids kann diesen Effekt reduzieren (s. Kap. 4.1.3.2, S. 93).

Ultraschall-Streaming

Ein weiteres Phänomen von Schallfeldern hoher Intensitäten ist das sog. Ultraschall-Streaming bzw. der Ultraschallwind. Aufgrund der hohen Energiedichte wird ein Teil der Schallintensität durch Absorption im Medium in kinetische Energie umgewandelt. Dadurch entsteht eine konvektive Strömung. Die Strömungsrichtung ist dabei mit der Ausbreitungsrichtung der Schallwelle identisch [64,65]. Somit entsteht bei der USZ ein unerwünschter Sog zu den Sonotrodenstirnflächen, die bei einer kontinuierlichen Zerstäubung eines Fluids verstärkt verschmutzt werden. Zur Verminderung dieses Effektes können zusätzliche Hilfsmittel verwendet werden. Diese sind im Wesentlichen zusätzliche Lenkluft und/oder eine elektrostatische Aufladung der zu zerstäubenden Substanzen.

Fazit:

Die Ultraschallstehwellenfelder werden durch kleinere Störquellen im Schallfeld nicht merklich beeinflusst. Erst die Anwesenheit größerer Lamellen beeinträchtigt das Schallfeld durch eine starke Schallabsorption. Mit Zunahme des Anstellwinkels werden die Schallfelder verstärkt deformiert, wodurch die Schallintensitäten abnehmen. Die Desintegrationskräfte der USZ setzen sich aus dem Schallstrahlungsdruck und dem Bernoulli-Sog zusammen, die im Wesentlichen von dem maximalen Schallwechseldruck bzw. der maximalen Schallschnelle und von der Dichte des umgebenden Mediums abhängig sind. Anhand von Nanolight-Aufnahmen und der Überwachung der Generatorleistung konnten verschiedene Zerstäubungsmechanismen erkannt werden. Auch eine Änderung der Partikelgrößenverteilung lässt auf unterschiedliche Mechanismen zurückschließen (s. S. 77). Der jeweils vorliegende Zerstäubungsmechanismus, der vom Ausmaß der Lamelle abhängig ist, wird durch die gewählten Anlagen- und Stoffparameter bestimmt. Die Größe bzw. Dicke der Lamelle nimmt mit der Erhöhung der Fluidgeschwindigkeit (Massen- bzw. Volumenstrom), Erhöhung der Viskosität und geringerer Schallwechseldruckamplituden (Schwingungsamplitude) zu.

All diese Änderungen führen zu einer verstärkten Schallabsorption und somit zu einem größeren Leistungsabfall. Zu bemerken ist, dass ein Erhalt des gewünschten Zerstäubungsmechanismus bei gleichzeitiger Erhöhung des Massenstroms und/oder der Viskosität nur dann gewährleistet werden kann, wenn ein höherer Schallwechseldruck eingestellt wird. Dieser ist allerdings bei der verwendeten USZ-Anlage durch die Regelung der Schwingungsamplituden bis auf 125 µm nur begrenzt steuerbar.

Sowohl der Rücksprühheffekt als auch der Ultraschallwind führen zu einer verstärkten Verschmutzung der Sonotrodenstirnflächen und daher auch zur Bildung von sekundären Partikeln, die zumindest für eine Applikation von Beschichtungsstoffen problematisch sein können. Zum Vermeiden der Bildung von Fehlpartikeln müssen die Parameter Düsenposition, Anstellwinkel und Lenkluft gut aufeinander abgestimmt werden. Eine weitere Möglichkeit zur Minimierung der Verschmutzung respektive Bildung von Fehlpartikeln besteht in der elektrostatischen Aufladung der USZ-Anlage bzw. des Fluids (s. S. 93).

4.1.3 Ultraschallstehwellenzerstäubung diverser Polymerlösungen

Im Folgenden werden als Testsubstanzen verschiedene Polymerlösungen eingesetzt, um einen eventuellen Einsatz der USZ-Technologie als Verfahren zur Verarbeitung von Beschichtungsstoffen zu überprüfen. Zunächst werden dazu die wichtigsten Einflussgrößen auf die Desintegration untersucht. Anschließend wird die Zerstäubereinheit durch Anlegen eines elektrostatischen Feldes betrieben. Dies ist hinsichtlich einer Applikation von Beschichtungsstoffen notwendig, um einen hohen Auftragswirkungsgrad zu erreichen, um dadurch ökologischen sowie ökonomischen Aspekten gerecht zu werden. Zur umfassenden Beurteilung der USZ-Technik werden die mit und ohne elektrostatischer Aufladung erhaltenen Partikelgrößenverteilungen analysiert.

4.1.3.1 Desintegration im Ultraschallstehwellenfeld ohne elektrostatischer Unterstützung

In Abb. 4.13 ist der Aufbau der Versuchsanlage zur Untersuchung der Ultraschallstehwellenzerstäubung von Polymerlösungen ohne elektrostatische Unterstützung dargestellt.

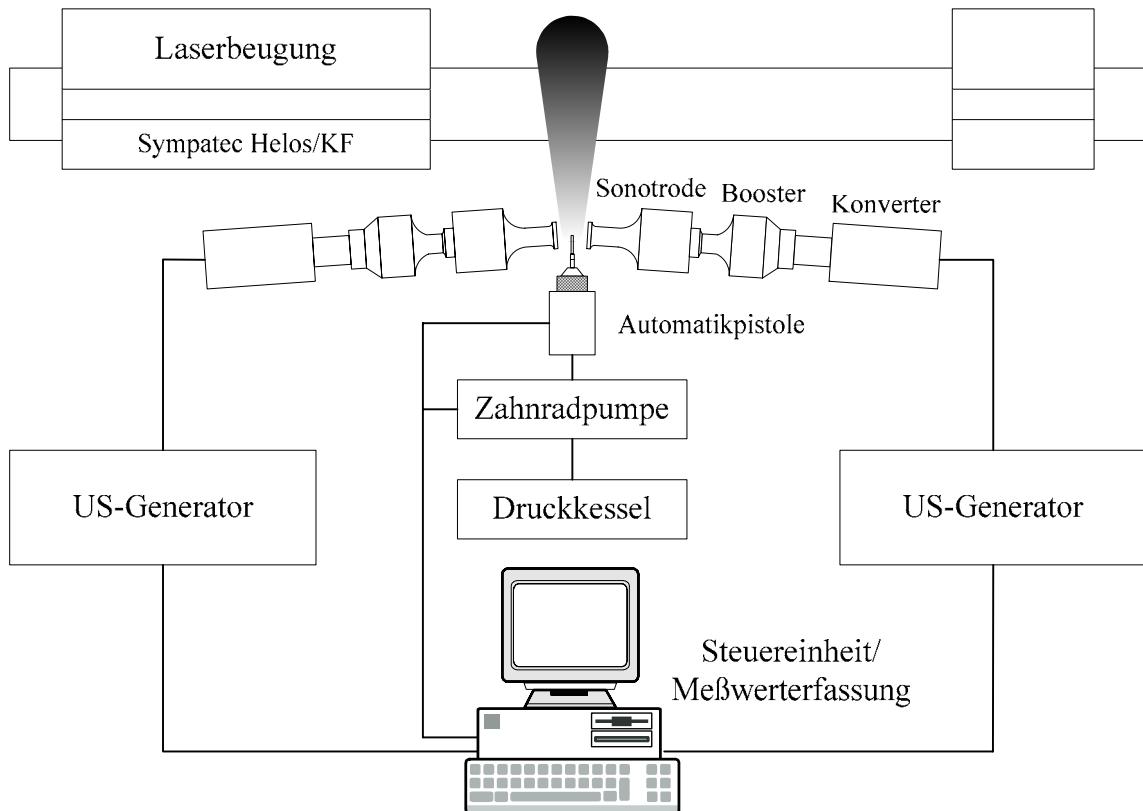


Abb. 4.13 Aufbau der USZ-Versuchsanlage.

Die Desintegration des Fluids erfolgt im Zentrum zwischen den beiden gegenüberliegenden Schwingereinheiten, wobei deren Abstand und Anstellwinkel zueinander frei eingestellt werden können. Wie bereits in Kap. 4.1.1 (S. 40) erwähnt, werden zur Erhöhung der Energiedichte im Zerstäubungsbereich ausschließlich konkave Sonotroden verwendet.

Für die Fluidzufuhr in das Schallfeld wird die zu zerstäubende Substanz zunächst in einem Druckkessel vorgelegt. Von dort aus gelangt das Material zur Einstellung eines konstanten Massenstroms über eine Zahnradpumpe zu einer modifizierten Automatiksprühpistole (Typ *AGG 510*, Fa. *DeVilbiss*). Am Düsenausgang der Pistole befindet sich ein Gewinde, so dass problemlos verschiedene Düsentypen für die Zerstäubung der Polymerlösungen getestet werden können. Die Charakterisierung des Sprays erfolgt mittels Laserbeugung.

Zur genaueren Untersuchung der USZ bezüglich der Betriebs- und Stoffparameter wird zur Prozesssicherheit eine Mess- und Regelkarte der Fa. *Keithley* implementiert und unter *Testpoint 3.0* ein Programm zur Steuerung der Zerstäubereinheit erstellt. Damit kann einerseits die Schwingungsamplitude und der Resonanzabstand exakt eingestellt und andererseits die aktuelle Generatorleistung, Schwingungsfrequenz und Temperatur der Schwingereinheit während des Betriebs der Anlage kontinuierlich aufgezeichnet werden. Neben der Steuerung und Kontrolle der Ultraschallanlage, wird auch die Fluidzufuhr in das Schallfeld über die Mess- und Regelkarte gesteuert. So wird erreicht, dass der Betrieb der Zahnradpumpe und Automatikpistole aufeinander abgestimmt sind.

Anmerkungen zur Durchführung der Experimente

Bei den Zerstäubungsversuchen stand kein klimatisierter Raum zur Verfügung. Dadurch konnte es je nach Tagesbedingung zu Temperaturschwankungen von 22 ± 5 °C kommen. Während dieser Tatbestand einen zu berücksichtigenden Einfluss auf die Viskosität des zu zerstäubenden Fluids hat, sind für die Oberflächenspannung und Dichte bei derartigen Temperaturschwankungen nur marginale Änderungen zu erwarten [67].

Zur experimentellen Bestimmung der Partikelgrößenverteilung wird ein Laserlichtdiffraktometer der Fa. *Sympatec* (Clausthal-Zellerfeld) vom Typ *Helos-Vario/KF* eingesetzt. Das Gerät besitzt einen 5 mW He-Ne-Laser (Wellenlänge 632,8 nm), der zu einem Strahl mit einem Durchmesser von 13 mm aufgeweitet wird. Das resultierende Beugungsmuster wird über eine *Fourier* Linse auf dem Zentraldetektor abgebildet. Mit dieser speziellen Linse werden gleich-

große Teilchen, unabhängig vom Aufenthaltsort im Messfeld, immer auf der gleichen Position des Zentraldetektors erkannt. Der Detektor besteht aus 31 viertelkreisförmigen konzentrisch angeordneten lichtsensitiven Elementen mit geringen Zwischenräumen. Als *Fourier* Optik dient eine Linse mit einer Brennweite von 500 mm (R5), die eine genaue Teilchengrößenanalyse zwischen 4,5 und 875 μm erlaubt. In Abb. 4.14 ist der schematische Aufbau des Laserlichtdiffraktometers dargestellt.

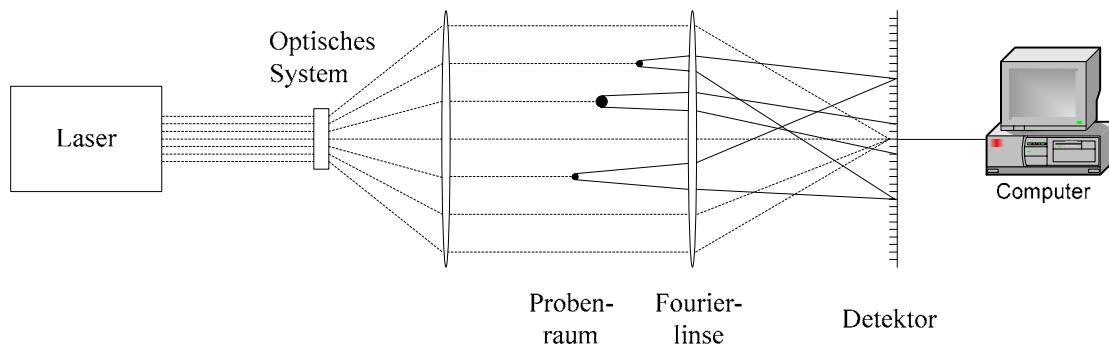


Abb. 4.14 Schematischer Aufbau eines Laserdiffraktometers und Darstellung der Beugung von großen und kleinen Teilchen im Messraum.

Das Messgerät besteht aus einer variablen Arbeitszone, so dass ein Abstand von bis zu 1400 mm zwischen der Laser- und Detektoreinheit eingestellt werden kann.

Für eine hohe Reproduzierbarkeit der Messergebnisse müssen einige Verfahrensschritte bei der Versuchsdurchführung besonders beachtet werden. Zum einen dürfen die Messungen der Partikelgrößenverteilungen erst nach Erreichen der festgelegten Frequenzen von 19930 Hz (Schwinger B1) und 20160 Hz (Schwinger B2) gestartet werden (s. Tabelle 4.2). Dies entspricht einer Einschwingdauer von ca. 10 Minuten (vgl. Abb. 4.4, S. 42). Zum anderen sind Mehrfachbestimmungen der Partikelgrößenverteilungen notwendig. Dazu werden drei unabhängige Versuche mit einer Dauer von 5 – 10 Sekunden durchgeführt, d.h. nach jeder Messung wird unterbrochen und neu gestartet. Bei jeder Messreihe werden jeweils 20 Messwerte ermittelt (250 – 500 ms pro Messwert), so dass insgesamt 60 Messwerte für jede Einstellung zur Auswertung herangezogen werden. Diese ermittelten charakteristischen Kennwerte für die Partikelgrößenverteilung werden als Mittelwert mit entsprechenden Standardabweichungen angegeben. Falls ein Messergebnis eine Standardabweichung von mehr als $\pm 5\%$ aufweist wird dieses bei der Auswertung nicht berücksichtigt.

Versuchsmatrix

Zur Untersuchung des Desintegrationsverhaltens während der USZ und für die Vergleichsuntersuchungen zu den konventionellen Zerstäubungen werden die nachfolgenden Polymerslösungen verwendet:

- Alkydharz (Alkydal F251 X) gelöst in Xylol,
- Epoxidharze (Beckopox EP304, EP307, EP309) gelöst in Butyldiglycolacetat {BDGA, IUPAC-Benennung: [2-(2-Butoxyethoxy)-ethyl]-acetat} und
- Glucosesirup gelöst in Wasser.

Beim System Glucose/Wasser handelt es sich zwar nicht um ein gebräuchliches Filmbildner-System, jedoch lässt sich der Einfluss hoher Oberflächenspannungen auf die resultierende PGV gut untersuchen.

Durch die Herstellung von Lösungen verschiedener Konzentrationen können die Flüssigkeitsparameter:

- Viskosität (η : 100 - 5000 mPa s)
- Oberflächenspannung (σ : 27 - 85 mN/m)
- Dichte (ρ : 980 - 1350 kg/m³)

in relativ weiten Bereichen realisiert werden.

Im Anhang 7.2 sind sämtliche Stoffwerte der untersuchten Polymerlösungen in Abhängigkeit von ihrem Festkörpergehalt (nichtflüchtiger Anteil) aufgelistet. Eine Vielzahl von Parametern beeinflusst die USZ. Allgemein können diese in Umgebungs-, Geräte-, Material-, und Verfahrensparameter eingeteilt werden. In den nachfolgenden Tabellen sind die Einflussgrößen auf die Partikelbildung zusammengefasst.

Tabelle 4.1 Umgebungsparameter

Einflussgröße	Standardbedingung/-einstellung	als Variable untersucht
Umgebungsmedium	Luft	Nein
Umgebungsdruck	ca. 1 bar	Nein
Dichte (Luft)	1,180 kg/m ³	Nein
Temperatur (Luft)	22 ± 5 °C (Umgebung) 80 ± 5 °C (USZ-Feld)	Nein
Schallgeschwindigkeit (Luft)	344,7 m/s (22 °C) 377,1 m/s (80 °C)	Nein

Tabelle 4.2 Gerät parameter

Einflussgröße	Standardbedingung/-einstellung	als Variable untersucht
Sonotrodenform	Konkave Sonotroden (Kalottentiefe \approx 4,7 mm)	Nein
Sonotrodendurchmesser	35,0 mm	Nein
Schwingerfrequenz	Schwinger B1: 19930 Hz Schwinger B2: 20160 Hz	s. S. 70
Schwebungsfrequenz	230 Hz	s. S. 70
Schwingungsknotenzahl	5	s. S. 67
Sonotrodenabstand	38,0 mm	s. S. 58
Sonotrodenanstellwinkel	2°	s. S. 64
Schwingungsamplitude	80 μ m	s. S. 77

Tabelle 4.3 Verfahrensparameter

Einflussgröße	Standardbedingung/-einstellung	als Variable untersucht
Massenstrom	100 g/min	s. S. 71
Düsendurchmesser	1,5 mm	s. S. 66
Lenkluft bzw. Freihalteluft	0,5 bar bzw. 42 NL/min	s. S. 60
Düsenposition	x = 0 mm, y = 16,7 mm, z = 0 mm	s. S. 64

Tabelle 4.4 Materialparameter

Einflussgröße	Standardbedingung/-einstellung	als Variable untersucht
Filmbildner	Alkydal F251 X	s. S. 86
Temperatur (Filmbildner)	22 \pm 5 °C	Nein
Viskosität	274 mPa·s (20 °C)	s. S. 84
Dichte	0,999 g/mL (20 °C)	s. S. 86
Oberflächenspannung	26,4 mN/m (20 °C)	s. S. 86

Ergebnisse

Um Auskunft über die realen Druckverläufe zu bekommen [23,52,68], wurden bereits in früheren Arbeiten Schallfelduntersuchungen mittels Drucksensoren durchgeführt. Teilweise wurden die Messergebnisse auch zur Bestimmung des **optimalen Sonotrodenabstandes** in einem 3-Knotenfeld verwendet [68]. Problematisch ist, dass die Messungen nur unter Normalbedingung durchgeführt wurden, ohne die Wechselwirkungen des zu zerstäubenden Fluids mit dem Schallfeld zu berücksichtigen. Zusätzlich wurde der Temperatureinfluss, der für die Einstellung des exakten Resonanzabstandes nicht berücksichtigt. Dieser spielt bei der

Zerstäubung von Polymerschmelzen zur Herstellung von Pulverlacken eine wichtige Rolle. Letzteres soll anhand einer vereinfachten Rechnung ohne Berücksichtigung von nichtlinearen Effekten gezeigt werden. Der optimale Abstand eines 3-Knotenfeldes soll bei $3/2 \lambda$ liegen.

- a) $T_{\text{USZ-Feld}} = 353 \text{ K}$, $c_{\text{Luft}, 353 \text{ K}} = 377,1 \text{ m/s}$, $\lambda = 18,85 \text{ mm (20000 Hz)}$
- b) $T_{\text{USZ-Feld}} = 423 \text{ K}$, $c_{\text{Luft}, 423 \text{ K}} = 412,8 \text{ m/s}$, $\lambda = 20,64 \text{ mm (20000 Hz)}$

Daraus ergibt sich für die Schallfeldbedingung a) mit einer Temperatur von $80 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ein Resonanzabstand von etwa 28,28 mm bzw. für den optimalen Sonotrodenabstand $X_S = 18,88 \text{ mm}^1$. Vergleicht man diese Schallfeldbedingung mit der von b), für die sich ein Resonanzabstand von 30,96 mm bzw. ein optimaler Sonotrodenabstand $X_S = 21,56 \text{ mm}$ ergibt, so hat sich allein durch die Änderung der Schallgeschwindigkeit der Resonanzabstand um 2,68 mm verändert. Aufgrund der beschriebenen Problematik einer exakten Vorhersage des optimalen Sonotrodenabstandes X_S anhand von Schallwechseldruckmessungen, werden Leistungs- und Partikelgrößenmessungen während der Untersuchung von Alkydal F251 in Abhängigkeit des Sonotrodenabstandes durchgeführt (s. Abb. 4.15). Dazu wird der Massenstrom auf 150 g/min eingestellt. Für die anderen Parameter gelten die Standardeinstellungen.

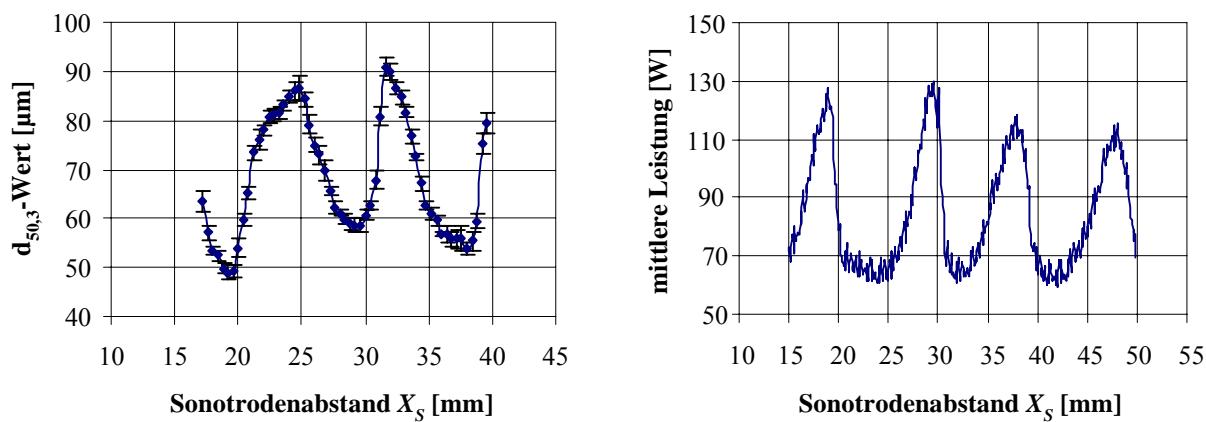


Abb. 4.15 Bestimmung des optimalen Sonotrodenabstandes X_S durch Leistungs- und Partikelgrößenmessung bei einem Massenstrom von 150 g/min.

Die maximalen Leistungsspitzen bzw. die minimalen $d_{50,3}$ -Werte der Partikelgrößenverteilungen werden jeweils in Abständen von $n \cdot \lambda / 2$ erzielt, was einer Wellenlänge von etwa 19 mm entspricht. Bei Zugrundelegung dieser Wellenlänge resultieren für ein 3- bzw. 5-Knotenfeld optimale Resonanzabstände von etwa 28,5 und 47,5 mm. Unter Berücksichtigung der Kalottentiefe S_K von 4,7 mm je Sonotrode ergeben sich daraus optimale Sonotrodenabstände von

¹ Kalottentiefe S_K von 4,7 mm je Sonotrode ist zu berücksichtigen.

etwa 19,1 (3-Knotenfeld) und 38,1 mm (5-Knotenfeld). Tatsächlich werden an diesen Stellen auch die geringsten $d_{50,3}$ -Werte erhalten. Aber auch in einem 4-Knotenfeld, in dem im Zentrum ein Schwingungsbauch auftritt, ist offensichtlich eine Desintegration möglich (s. Abb. 4.15). Allerdings ist eine Verschiebung des Medianwertes zu größeren Teilchen zu verzeichnen. Interessanterweise liegen die Leistungsspitzen des 3- und 4-Knotenfeldes auf vergleichbarem Niveau. Eine ähnliche Aussage ist für ein 5- und 6-Knotenfeld zu treffen, jedoch liegen hier die Leistungsspitzen um etwa 10 % niedriger. Eine weitere Erkenntnis, basierend auf den Messergebnissen, dargestellt in Abb. 4.15 ist, dass ein geringerer Toleranzbereich zur Einstellung des optimalen Sonotrodenabstandes in einem 3-Knotenfeld gegenüber einem 5-Knotenfeld besteht. Dies ist anhand eines deutlich spitzeren Peaks für die mittlere Leistungsaufnahme eines 3-Knotenfeldes erkennbar.

Falls während der USZ wegen stark schwankender Temperaturen durch zusätzliche Erwärmung des Fluids und/oder der Luft eine Korrektur des optimalen Resonanzabstandes notwendig ist, kann eine Leistungsmessung als Referenzwert äußerst hilfreich sein.

Die durch Ultraschallstehwellen erzeugten Teilchen besitzen nur einen geringen Eigenimpuls und weisen keine einheitliche Ausbreitungsrichtung auf. Zudem findet teilweise sogar ein Rücksprühen statt. Um den Sprühkegel gezielt zu formen, ist eine geeignete **Lenkluft während der Desintegration** zu gewährleisten. Zur Optimierung dieses Parameters wird die Richtung und Form der Lenkluftströme variiert und die Auswirkung auf die Partikelgrößenverteilung gemessen. Untersucht werden dazu verschieden angefertigte Luftkappen als Aufsatz für die modifizierte Automatisprühpistole.

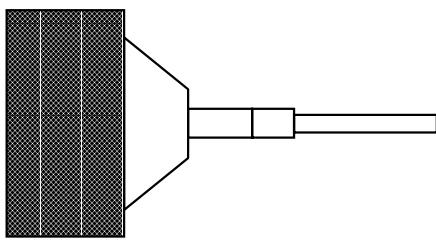


Abb. 4.16 Seitenansicht von Luftkappe und Düse der Automatikpistole.

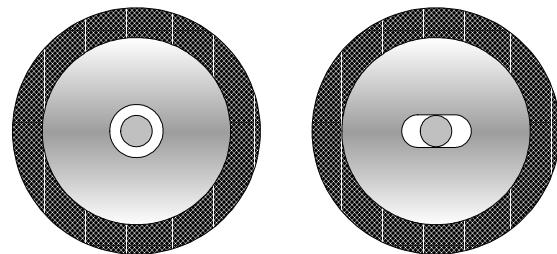


Abb. 4.17 Frontansicht von Luftkappe und Düse mit Ringspalt (links) und modifiziertem Spalt (rechts).

In Abb. 4.17 sind zwei Luftkappen mit verschiedener Luftführung dargestellt. Die linke Luftkappe bildet einen Ringspalt um die Düse, so dass diese gleichmäßig von allen Seiten umspült

wird. Die rechte Luftkappe mit modifiziertem Spalt umspült die Düse lediglich an den Seiten und ist so ausgerichtet, dass die Luftführung parallel zur Zerstäubungslamelle geführt wird. Durch diese unterschiedliche Gestaltung der Luftkappe wird nicht nur die Form des Sprays beeinflusst, sondern auch die Zerstäubungsgüte selbst.

Nachfolgend wird die Auswirkung des Lenkluftdrucks¹ auf die Partikelgrößenverteilung für beide Luftkappen näher untersucht. In Abb. 4.18 und Abb. 4.19 sind jeweils die Medianwerte, die Werte für den maximalen Tropfendurchmesser sowie die Δ -Werte als Maß für die relative Verteilungsbreite dargestellt.

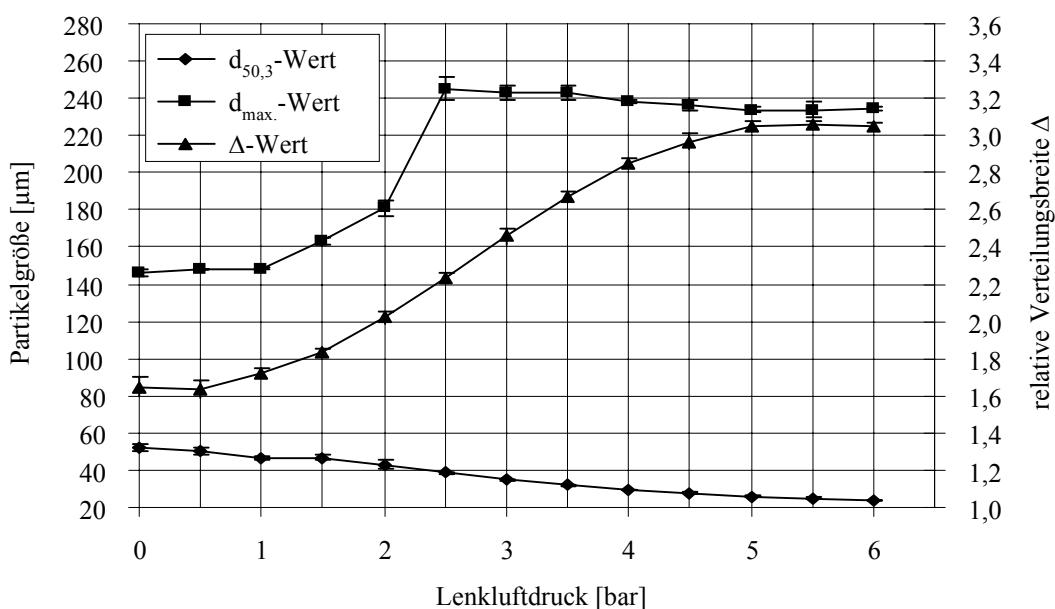


Abb. 4.18 Kennwerte der Partikelgrößenverteilung in Abhängigkeit vom Luftdruck bei Verwendung einer Luftkappe mit Ringspalt.

¹ Die Angabe des Lenkluftdrucks bezieht sich auf den Pistoleneingang.

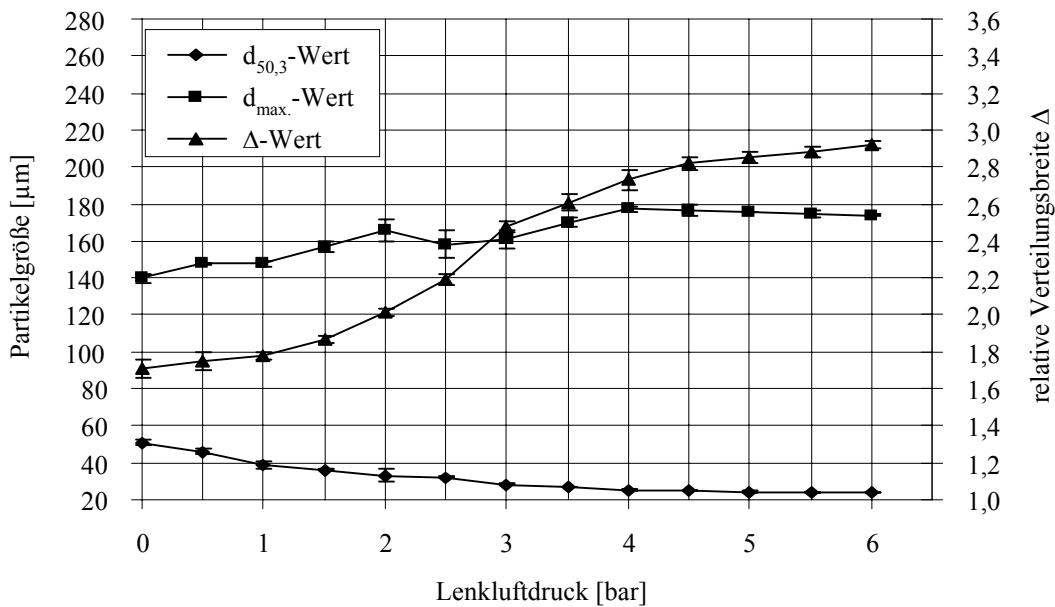


Abb. 4.19 Kennwerte der Partikelgrößenverteilung in Abhängigkeit vom Luftdruck bei Verwendung einer Luftkappe mit modifiziertem Ringspalt.

Bezieht man sich ausschließlich die $d_{50,3}$ - und Δ -Werte, so ist für beide Luftkappen ein ähnliches Verhalten bezüglich der eingestellten Lenkluft festzustellen. Die Partikelgrößenverteilungen verschieben sich bei höheren Druckeinstellungen zu feineren Partikeln bei einer gleichzeitigen Erhöhung der relativen Verteilungsbreite. Dieser Befund spricht dafür, dass ein Übergang aus der reinen USZ zu einer pneumatischen Zerstäubung stattfindet, da dies für breite Partikelgrößenverteilungen mit Δ -Werten von etwa 2-4 charakteristisch ist [69] (s. auch Kap. 4.2.1). Bei relativ geringen Lenkluftdrücken bis etwa 0,5 bar ändern sich die Kennwerte nur marginal. Daraus folgt, dass der Zerstäubungsmechanismus nur durch die Kräfte des quasistationären Ultraschallstehwellenfeldes bestimmt wird. Dieser Tatbestand wird durch die Nanolight-Aufnahmen bekräftigt (s. Abb. 4.20). Für die Aufnahmen wurde das in BDGA gelöste Epoxidharz EP304 mit einer Viskosität von 500 mPa·s unter Verwendung der Standardeinstellungen eingesetzt.

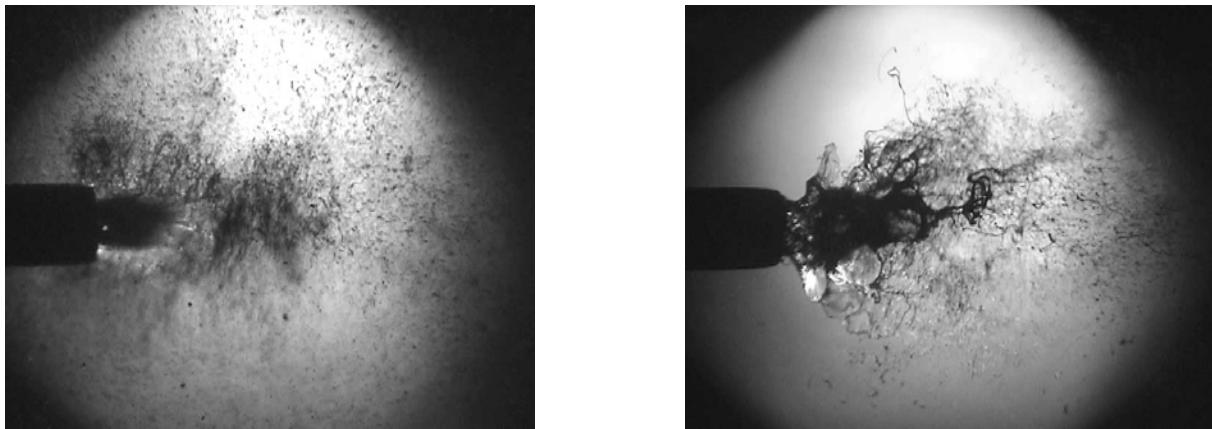


Abb. 4.20 Nanolightaufnahmen der USZ mit modifizierter Luftkappe bei unterschiedlichen Lenkluftdrücken (links: 0,5 bar, 42 NL/min; rechts: 2,5 bar, 390 NL/min).

Das linke Bild zeigt eine ungestörte Lamellenbildung mit der USZ-typischen Tropfenbildung. Die rechte Aufnahme mit einem eingestellten Lenkluftdruck von 2,5 bar hingegen lässt eine stationäre Lamellenbildung nicht mehr zu. Vielmehr ist der Übergang zu einer typisch pneumatischen Zerstäubung ohne Rücksprüheffekte festzustellen (vgl. [69]).

Bei Betrachtung der maximalen Tropfendurchmesser ist auffällig, dass diese bei der Luftkappe mit Ringspalt ab einem Druck von 1 bis etwa 2,5 bar relativ stark ansteigen und bei weiterer Drucksteigerung auf konstant hohem Niveau bleiben. Beim Einsatz der Luftkappe mit modifiziertem Spalt hingegen nimmt der größte Tropfendurchmesser nur geringfügig zu. Der Grund hierfür ist darin zu sehen, dass die Lenkluft bei Verwendung der Luftkappe mit vergrößertem Ringspalt nicht nur parallel entlang der Lamellenbildung, sondern auch orthogonal zu ihr wirkt. Bei zu hohem Druck wird die Lamellenbildung durch die kinetische Energie der Lenkluft gestört, wodurch vornehmlich an den oberen und unteren Flanken große Tropfen herausgelöst werden. Genau dieser Effekt wird bei der Luftkappe mit modifiziertem Spalt verhindert.

Es wurde bereits erwähnt, dass die **Einstellung eines endlichen Anstellwinkels** der gegenüberliegenden Swinger für die Durchführung der USZ vorteilhaft ist. Dadurch erhalten die entstehenden Teilchen einen zusätzlichen Impuls in die gewünschte Vorwärtsrichtung, so dass der Rücksprüheffekt und die Sonotrodenverschmutzung reduziert werden. Um die Grenzen des maximal möglichen Winkels zwischen den Sonotroden ohne Verschlechterung der Partikelgröße zu bestimmen, werden unter Verwendung der Standardeinstellungen die Partikelgrößenverteilungen in Abhängigkeit zum Anstellwinkel gemessen. Zur Durchführung der Messung ist zu bemerken, dass der Sonotrodenabstand X_S bei Variation des Anstellwinkels

entsprechend den geometrischen Gesetzmäßigkeiten zu korrigieren ist [52,68]. Ebenfalls ist eine korrekte Positionierung der Düse in y -Richtung im Ultraschallfeld zu berücksichtigen. In Abb. 4.21 sind die Ergebnisse der $d_{50,3}$ -, d_{\max} - und Δ -Werte bis zu einem Winkel von 10° zusammengefasst.

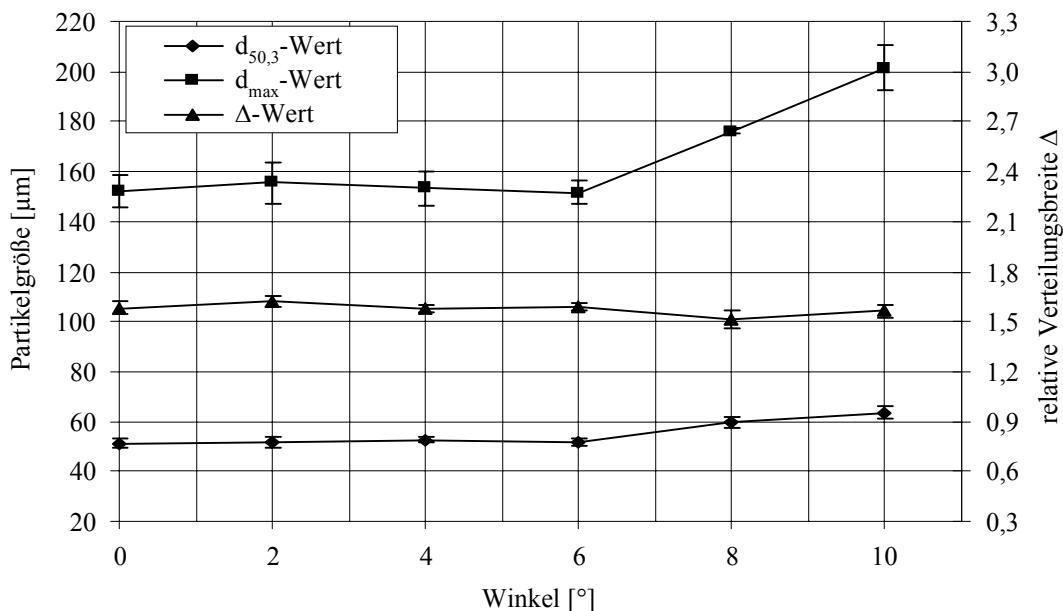


Abb. 4.21 Abhängigkeit des Partikelspektrums vom Anstellwinkel der Schwingereinheiten.

Die Partikelgrößenverteilung des Sprays wird bis zu einem Anstellwinkel von 6° nur unwe sentlich beeinflusst. Erst bei weiterer Erhöhung des Winkels verschiebt sich die gesamte Verteilung zu größeren Teilchendurchmessern unter Erhalt einer relativ engen Verteilungsbreite Δ von ca. 1,6.

Für eine exakte **Positionierung der Düse** werden mittels Schrittmotor die Kanten beider Sonotrodenstirnflächen angefahren. Anschließend wird die Düse am Berührungs punkt zentral ausgerichtet. Daraus ergibt sich für die in Abb. 4.22 dargestellten Koordinatenachsen die Ausgangsstellung, von der die Positionierung erfolgt.

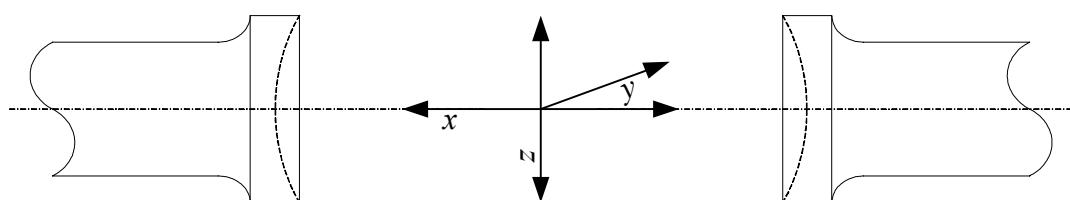


Abb. 4.22 Richtungsachsen für die Düsenpositionierung.

Bezüglich der Positionen in x - und z -Richtung sollte die Düse möglichst zentral im Stehwellenfeld angeordnet sein. Bis zu einem Toleranzbereich von etwa ± 1 mm bleibt die Partikelgrößenverteilung unbeeinflusst. Allerdings wird durch eine Dejustierung der Düse die Sprayrichtung geändert. Auf die Flanken der Lamelle wirken dann nicht mehr exakt die gleichen Kräfte. Daher bekommen die entstehenden Teilchen einen zusätzlichen Impuls. Demnach entspricht die Sprayrichtung nur dann der Strömungsrichtung des Fluids, wenn die Düse im Zentrum des Knotens positioniert ist.

Die Abhängigkeit der $d_{50,3}$ -, d_{\max} - und Δ -Werte von der Düsenposition in y -Richtung bei Standardeinstellungen ist in Abb. 4.23 dargestellt.

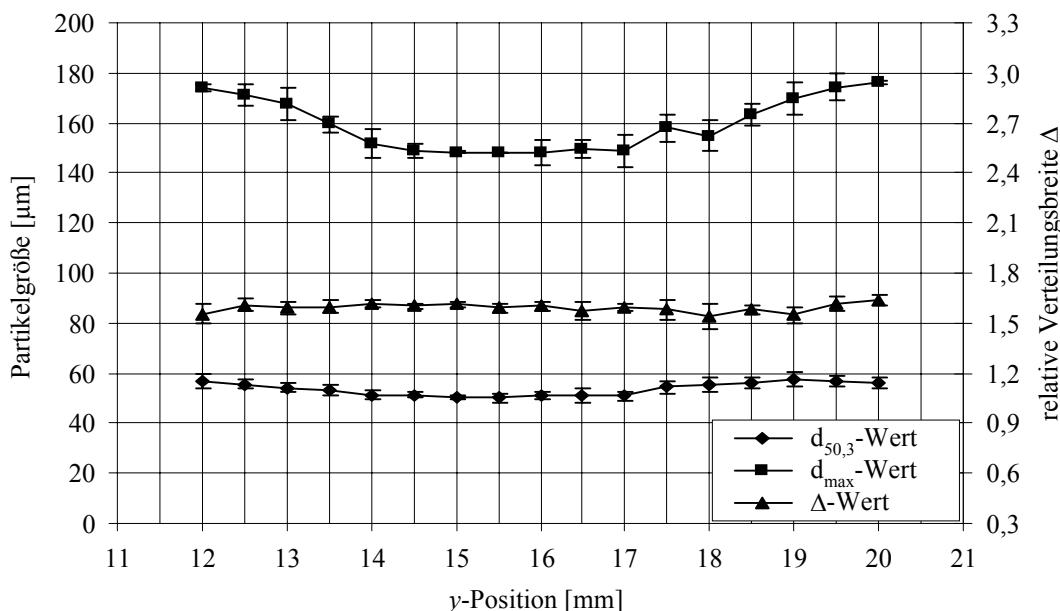


Abb. 4.23 Kennwerte der Partikelgrößenverteilung bei Variation der Düsenposition in y -Richtung.

Abb. 4.23 zeigt, dass die Kennwerte über einen relativ großen Einstellungsbereich nahezu konstant bleiben. Erst bei Einstellwerten kleiner 14 mm bzw. größer 18 mm tritt eine messbare Verschlechterung der Partikelgrößenverteilung zu größeren Teilchendurchmessern auf.

Für den zentralen Knotenpunkt ergibt sich rechnerisch bei einem Anstellwinkel von 2° für die y -Richtung eine Einstellung von 18,2 mm. Jedoch verschiebt sich die Partikelgrößenverteilung bereits nach Überschreiten einer Einstellung von 17,5 mm in y -Richtung zu größeren Teilchendurchmessern, da auf die gesamte sich ausbreitende Lamelle der maximale Druckgradient des Schallfeldes nicht mehr wirksam ist. Daher ist eine Positionierung des Düsenausgangs vor den zentralen Knotenpunkt für eine optimale Zerstäubung von entscheidender Bedeutung. Dabei sollte die Düse allerdings nicht zu weit zurückgesetzt werden, da die Teilchen dann einen verstärkten Impuls in entgegengesetzter Richtung zur Fluidströmung be-

kommen. Als Standardeinstellung hat sich eine Positionierung bei etwa 1,5 mm vor den Knotenpunkt bewährt. Dementsprechend ist eine Einstellung von 16,7 mm bei einem Anstellwinkel von 2° zu wählen.

Auch die **Form und Größe des Düsenausgangs** haben maßgeblichen Einfluss auf die Partikelgrößenverteilung. Grund hierfür ist die Beeinflussung der Lamellenbildung durch die veränderte Fluidgeschwindigkeit in der Düse und die Größenänderung des Fluidstrangs. In Abb. 4.24 sind die $d_{50,3}$ -Werte in Abhängigkeit des Massenstroms für verschiedene Düsen dargestellt.

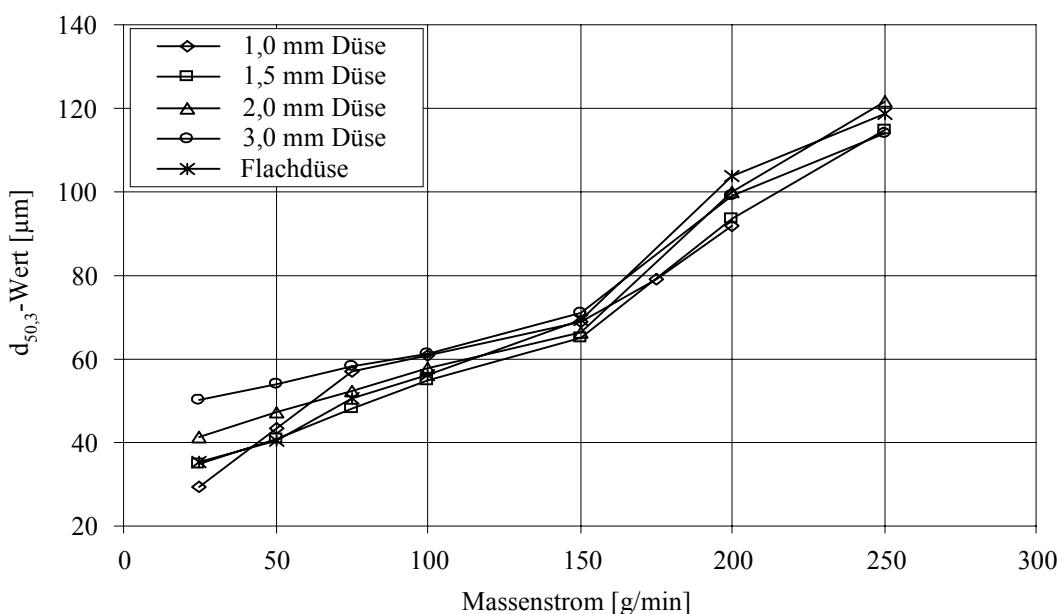


Abb. 4.24 Einfluss verschiedener Düsen auf den $d_{50,3}$ -Wert bei Variation des Massenstroms unter Verwendung der Standardeinstellungen (Alkydal F251).

Offensichtlich ist die Sensitivität des $d_{50,3}$ -Wertes der Partikelgrößenverteilung bei geringen Massenströmen für die einzelnen Düsen sehr hoch, wird aber bei Erhöhung der Fluidmenge bis etwa 150 g/min kontinuierlich geringer. So liefert die kleinste Düse mit einem Durchmesser von 1,0 mm bei einem Massenstrom von 25 g/min unter gleichen Bedingungen die geringsten $d_{50,3}$ -Werte. Jedoch ändert sich bei dieser Düse die Partikelgrößenverteilung des Sprays bei Erhöhung des Massenstroms schnell zu größeren Tropfen.

Bei geringen Massenströmen werden nur kleine Lamellen ausgebildet. Der Vorteil bei Verwendung von Düsen mit kleineren Durchmessern ist dabei, dass der Fluidstrang im Schwingungsknoten bereits sehr dünn ist, wodurch die Lamellenbildung optimiert wird. Allerdings kehrt sich dieser Vorteil bei höheren Massenströmen äußerst schnell ins Gegenteil um, da

zum einen die Fluidgeschwindigkeit sehr schnell steigt und zum anderen größere Lamellen gebildet werden. Daher wird in diesem Fall mehr Energie zur Lamellenbildung benötigt, was eine Verschlechterung der Zerstäubungsqualität zur Folge hat.

Insgesamt beurteilt bieten die 1,5 mm Düse und die Flachdüse über einen größeren Bereich eine bessere Performance als die restlichen Düsen. Bei sämtlichen Messungen ist zwischen den $d_{50,3}$ -Werten und Massenströmen ein mehr oder weniger linearer Zusammenhang festzustellen. Auffällig dabei ist, dass sich bei etwa 150 g/min ein nahezu gemeinsamer Schnittpunkt für die untersuchten Düsen ergibt. Wird der Massenstrom weiter erhöht, ändert sich für alle Düsen der Einfluss auf die Partikelgrößenverteilung des Sprays signifikant. Die Ursache liegt in einer Änderung des Zerstäubungsmechanismus (s. u.)

Es wurde bereits darauf hingewiesen, dass die Effektivität der Ultraschallstehwellenzerstäubung maßgeblich von der Schallfeldenergie bzw. dem Schallwechseldruck abhängt. Dabei wird der maximal herrschende Schallwechseldruck im quasistationären Stehwellenfeld von einer Vielzahl von Parametern beeinflusst (vgl. Kap. 3.3.4.3). Konstant sind allerdings die Frequenz und das Medium Luft. Daher beschränken sich die Einflussgrößen bezüglich des Schallwechseldrucks auf die eingestellte Schwingungsamplitude und den Resonanzabstand. In diesem Abschnitt wird die **Auswirkung des Resonanzabstandes für ein 3- und 5-Knotenfeld** auf die Partikelgrößenverteilung bestimmt. Zerstäubt wird das Epoxidharz EP 304 in BDGA mit unterschiedlichen Festkörpergehalten und damit unterschiedlicher Viskosität, Oberflächenspannung und Dichte. In Abb. 4.25 und Abb. 4.26 sind die Kurven für den $d_{50,3}$ -Wert, den maximalen Tropfendurchmesser d_{\max} sowie der relativen Verteilungsbreite Δ in Abhängigkeit der Viskosität für ein 3- und 5-Knotenfeld dargestellt.

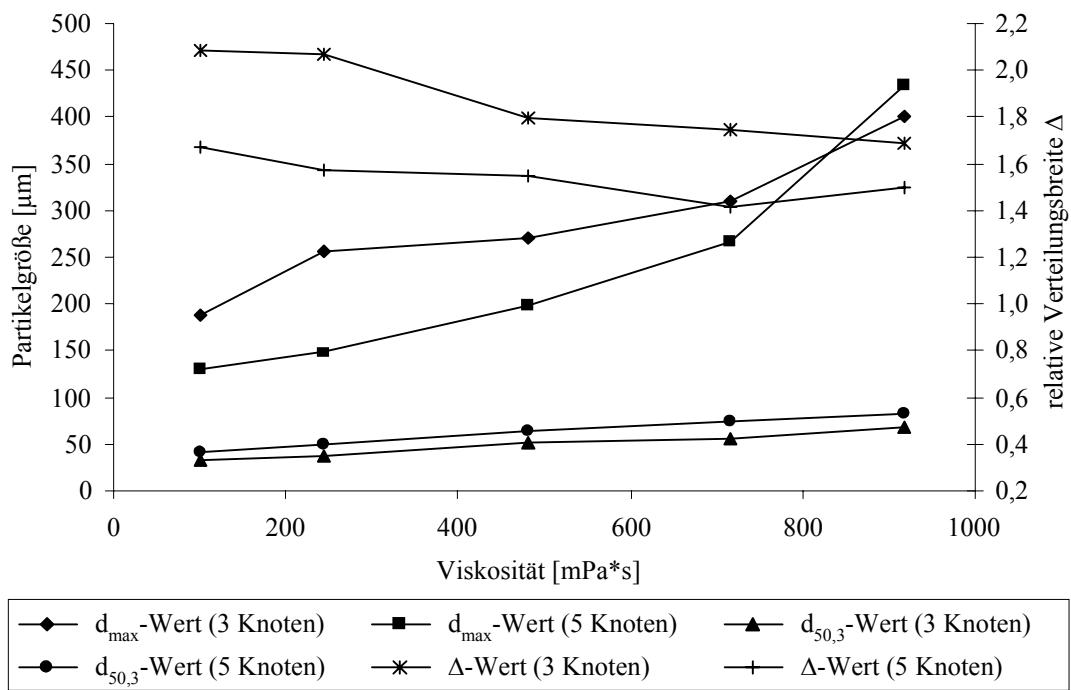


Abb. 4.25 Einfluss des Resonanzabstandes auf die Zerstäubungsqualität von EP304 in BDGA in Abhängigkeit von der Viskosität bei einer Schwingungsamplitude von 80 μm und einem Massenstrom von 100 g/min

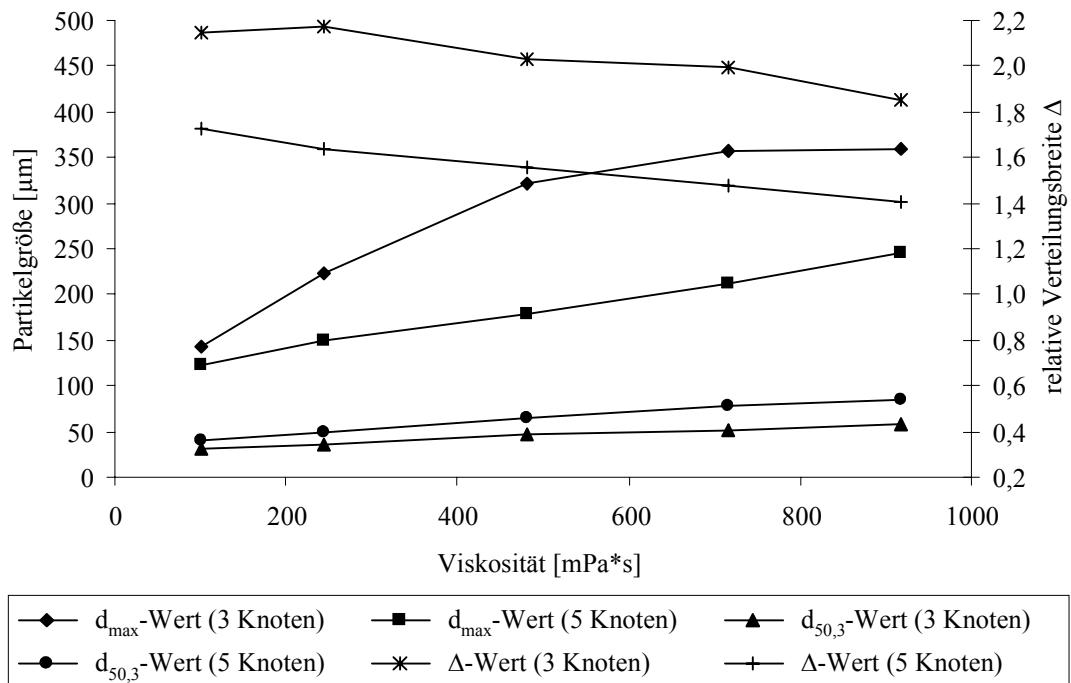


Abb. 4.26 Einfluss des Resonanzabstandes auf die Zerstäubungsqualität von EP304 in BDGA in Abhängigkeit von der Viskosität bei einer Schwingungsamplitude von 100 μm und einem Massenstrom von 100 g/min.

Erwartungsgemäß nehmen sowohl bei Einstellung eines 3- als auch 5-Knotenfeldes die $d_{50,3}$ - und vor allem die d_{max} -Werte mit steigender Viskosität zu. Dabei liegen die $d_{50,3}$ -Werte für ein

3-Knotenfeld stets niedriger als für ein 5-Knotenfeld. Grund für die insgesamt gesehen feinere Zerstäubung in einem 3-Knotenfeld sind die höheren Schallwechseldrücke. In Tabelle 4.5 sind die prozentualen Änderungen der $d_{50,3}$ -Werte bei einem Wechsel von einem 3- zu einem 5-Knotenfeld aufgelistet.

Tabelle 4.5 prozentuale Erhöhung der $d_{50,3}$ -Werte beim Wechsel von einem 3- zu einem 5-Knotenfeld.

Amplitude [μm]	Viskosität [mPa·s]	$d_{50,3}$ -Wert [μm]		$\Delta d_{50,3}$ -Wert [%]
		3-Knoten	5-Knoten	
80	100	32,35	41,20	+ 27,37
	243	39,21	51,66	+ 31,74
	482	52,33	68,21	+ 30,34
	715	58,83	75,45	+ 28,25
	917	68,21	89,72	+ 31,54
100	100	31,49	40,20	+ 21,66
	243	35,11	48,00	+ 26,85
	482	46,73	64,75	+ 27,83
	715	51,02	77,43	+ 34,11
	917	56,98	84,60	+ 32,65

Im Vergleich dazu wird die prozentuale Verringerung des Schallwechseldrucks beim Übergang von einem 3- zu einem 5-Knotenfeld anhand der empirischen Gleichung 4.3 (vgl. Gl. 3.18, S. 27) wie folgt berechnet:

$$\Delta p_{eff} \propto \frac{N_K^{-0,64}}{N_K^{0,64}} - 1 \text{ bzw. } \Delta p_{eff} \propto \frac{5^{-0,64}}{3^{-0,64}} - 1 \approx -28 \% \quad \text{Gl. 4.3}$$

Interessanterweise liegt die prozentuale Änderung für den Schallwechseldruck (von ca. 28 %) mit der Änderung für den $d_{50,3}$ -Wert in einem vergleichbaren Bereich. Für andere Amplituden und Massenstromeinstellungen ergeben sich ähnliche Änderungen bezüglich des $d_{50,3}$ -Wertes.

Die maximalen Tropfendurchmesser liegen im Gegensatz zu den $d_{50,3}$ -Werten für ein 5-Knotenfeld niedriger als für ein 3-Knotenfeld. Zu erklären ist dieses Ergebnis mit einer erhöhten Sonotrodenverschmutzung bei geringeren Resonanzabständen. In diesem Fall werden mehr Fehlpartikeln gebildet, was zu höheren d_{max} -Werten führt. Da wegen eines höheren Schallwechseldrucks zusätzlich zu den teilweise großen Fehlpartikeln in einem 3-Knotenfeld die Desintegration zu feineren Teilchen erfolgt, ist die relative Verteilungsbreite Δ größer als für ein entsprechendes 5-Knotenfeld (vgl. Abb. 4.25 und Abb. 4.26).

Wie bereits in Kap. 3.3.1 erwähnt, wird in verschiedenen Veröffentlichungen [23, 25] für die USZ die Verwendung zweier Schwingereinheiten mit einer Frequenzdifferenz von ca. 100 Hz empfohlen, ohne jedoch einen experimentellen Nachweis dafür zu erbringen. Auch eine Untersuchung des Schallwechseldrucks in Abhängigkeit der Schwebungsfrequenz [26] lässt den Einfluss unterschiedlicher Frequenzdifferenzen für die USZ unbeantwortet. Daher wird im Nachfolgenden der **Einfluss verschiedener Schwebungsfrequenzen** anhand von Zerstäubungsversuchen genauer untersucht. Dazu werden jeweils zwei Schwingereinheiten aus verschiedenen Komponenten (Konverter, Booster, Sonotrode) zusammengebaut und so miteinander kombiniert, dass ein möglichst großer Bereich bezüglich der Schwebungsfrequenz abgedeckt werden kann. Durchgeführt werden Zerstäubungsversuche von EP304 in BDGA für unterschiedliche Viskositäten mit Schwebungsfrequenzen zwischen 10 und 300 Hz. Frequenzdifferenzen kleiner 10 Hz sind mit der verwendeten Anlage nur schwer zu realisieren, da sich die Frequenzen bei geringfügigen Temperaturdifferenzen oder unterschiedlichen Verschmutzungsgraden der beiden Schwingereinheiten unterschiedlich ändern und damit mehr oder weniger stark abdriften.

In Abb. 4.27 sind die $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte für die verschiedenen EP304 Lösungen unter Variation der Schwebungsfrequenz dargestellt.

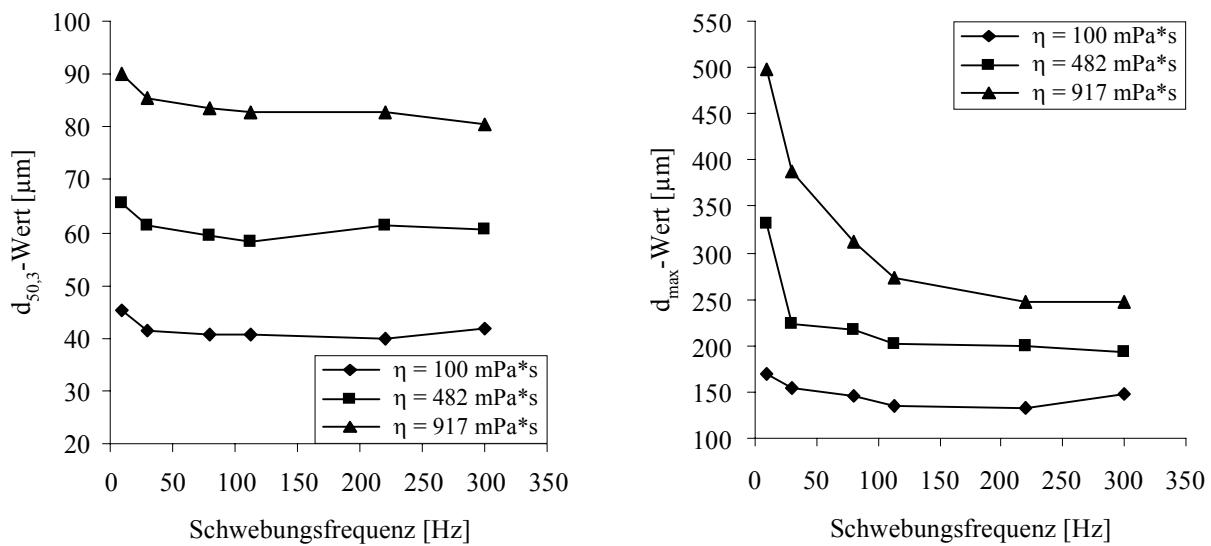


Abb. 4.27 Einfluss der Schwebungsfrequenz auf den $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Wert von EP304 in BDGA für verschiedene Viskositäten unter Verwendung der Standardeinstellungen.

Anhand der Diagramme ist ein eindeutiger Trend ersichtlich. Zu geringe Schwebungsfrequenzen wirken sich negativ auf die Zerstäubung aus. Bereits bei Frequenzdifferenzen kleiner 100 Hz äußert sich die Verschlechterung in Form größerer d_{\max} -Werte. Überraschenderweise

erhöhen sich die $d_{50,3}$ -Werte für geringe Schwebungsfrequenzen bis etwa 30 Hz nicht signifikant, obwohl hier, aufgrund des langsamen An- und Abschwellens der maximalen Schwingungsamplitude (vgl. Kap. 3.3.1) bereits ein Pulsieren des Sprays eintritt. Werden Schwingfrequenzen mit Frequenzdifferenzen von 100 Hz bis etwa 300 Hz verwendet, so ist keine merkliche Änderung der Partikelgrößenverteilung zu verzeichnen (s. Abb. 4.28).

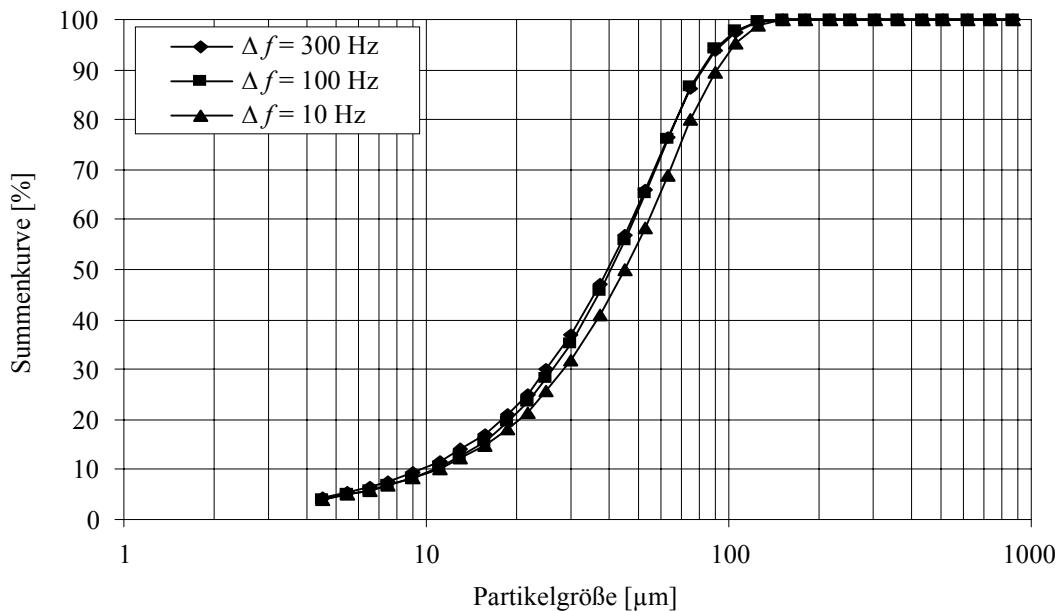


Abb. 4.28 Summenkurven der Partikelgrößenverteilungen von EP304 ($\eta = 100 \text{ mPa}\cdot\text{s}$) bei verschiedenen Schwebungsfrequenzen.

Der Massenstrom ist zweifelsohne einer der sensitivsten und zugleich limitierenden Einflussfaktoren für die Ultraschallstehwellenzerstäubung. Mit diesem steht und fällt zugleich ein möglicher industrieller Einsatz der USZ in der Lackiertechnik. Untersucht wird der **Einfluss des Massenstroms auf die Partikelgrößenverteilung** in einem 5-Knotenfeld unter Berücksichtigung verschiedener Viskositäten. Neben den Kennwerten für den Medianwert sowie des maximalen Tropfendurchmessers werden auch Leistungsaufnahmen in Abhängigkeit des Massenstroms analysiert. Zusätzlich werden Bildsequenzen bei verschiedenen Massendurchsätzen mittels der Nanolight-Technik aufgenommen.

In Abb. 4.29 bis Abb. 4.33 sind die Ergebnisse der $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte für die verschiedenen Systeme mit unterschiedlichen Viskositäten in Abhängigkeit des Massenstroms dargestellt.

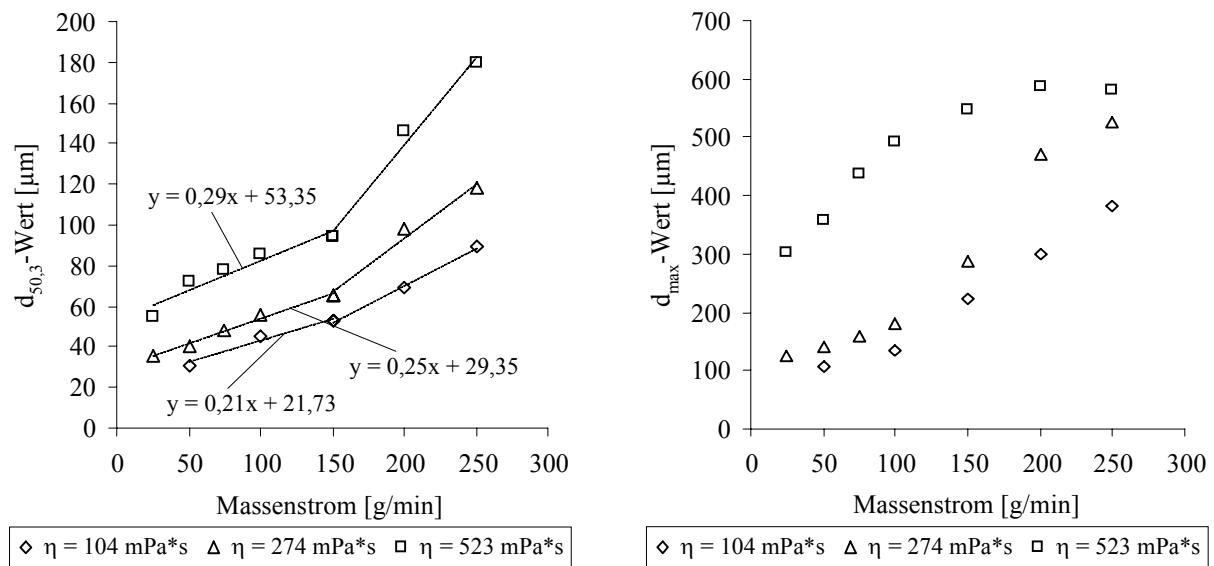


Abb. 4.29 Einfluss des Massenstroms auf die $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte für Alkydal F251 in unterschiedlichen Viskositätseinstellungen.

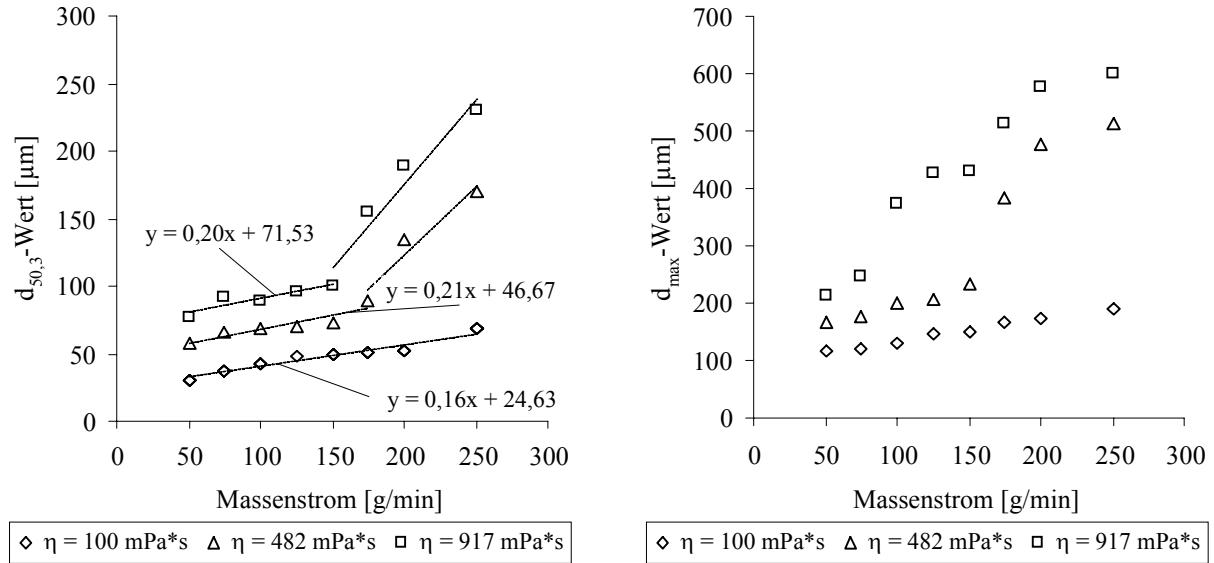


Abb. 4.30 Einfluss Einfluss des Massenstroms auf die $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte für EP304 in unterschiedlichen Viskositätseinstellungen.

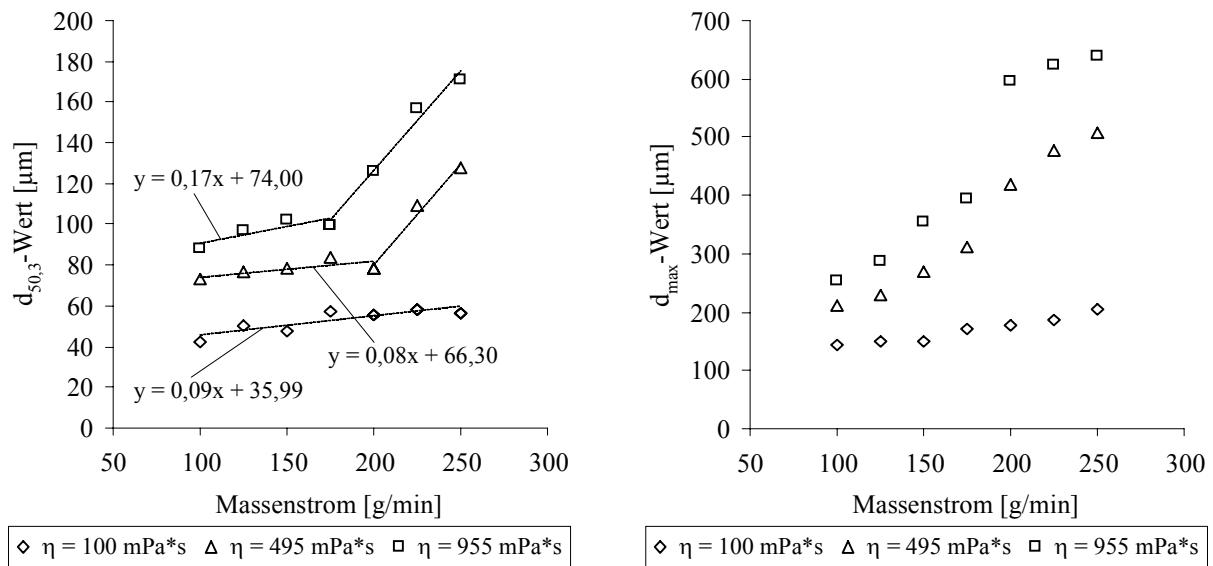


Abb. 4.31 Einfluss des Massenstroms auf die $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte für EP307 in unterschiedlichen Viskositätseinstellungen.

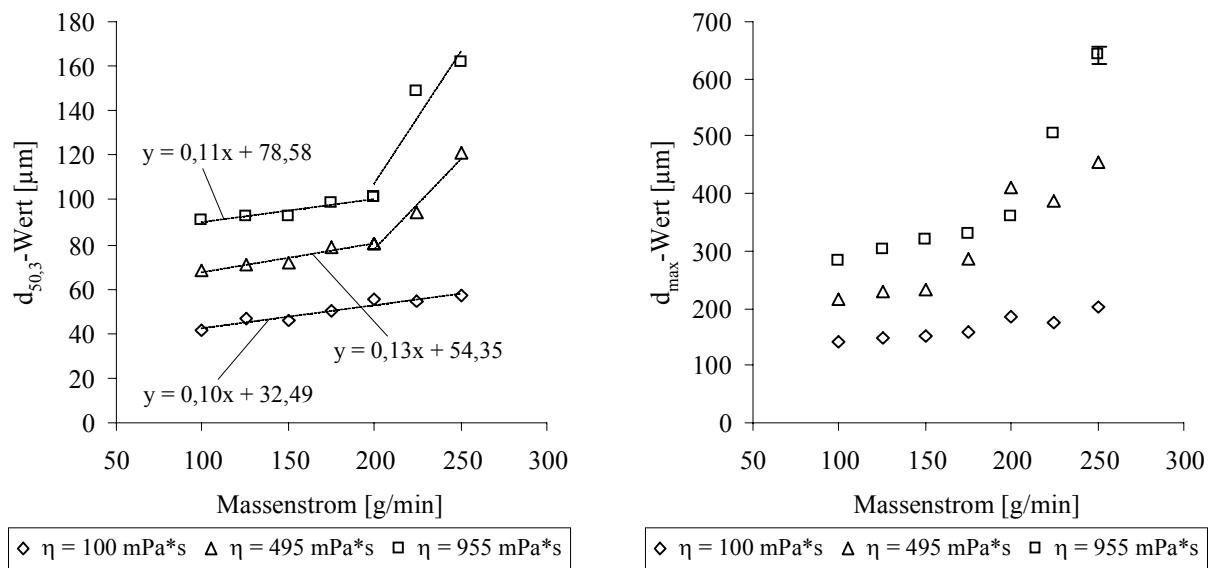


Abb. 4.32 Einfluss des Massenstroms auf die $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte für EP309 in unterschiedlichen Viskositätseinstellungen.

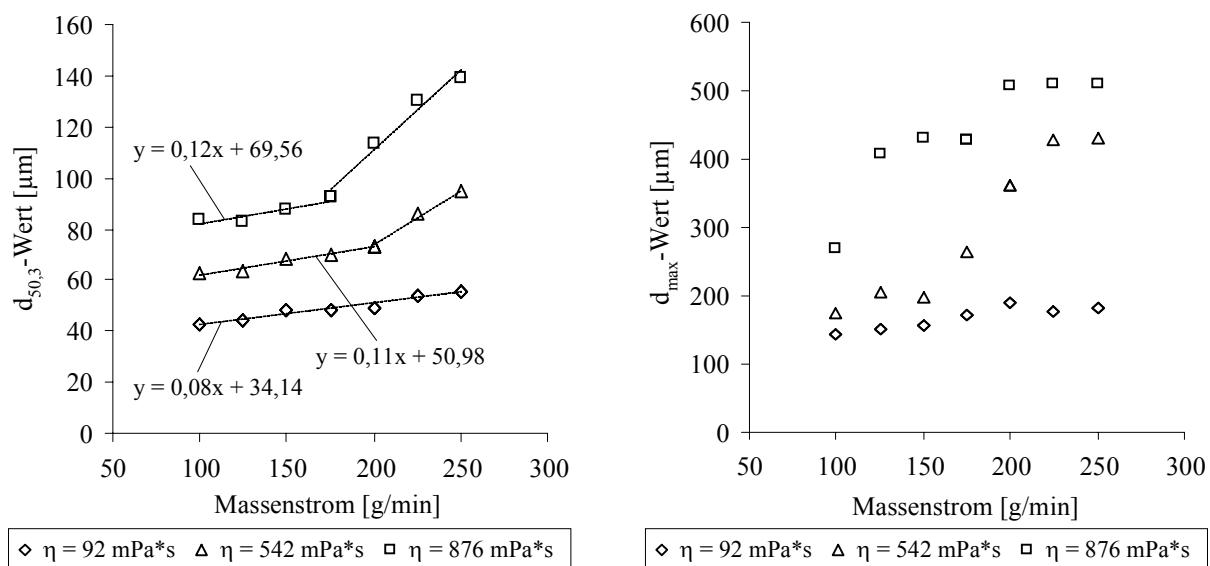


Abb. 4.33 Einfluss des Massenstroms auf die $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte für Glucosesirup in unterschiedlichen Viskositätseinstellungen.

Bei genauer Analyse der Diagramme stellt man je nach untersuchtem System und Viskosität für einen bestimmten Massenstrombereich einen linearen Zusammenhang zwischen Medianwert und Massendurchsatz fest. Für die niedrigen Viskositäten der gelösten Epoxidharze EP304, EP307 und EP309 sowie des in Wasser gelösten Glucosesirups besteht sogar über den gesamten gemessenen Bereich des Massenstroms (bis 250g/min) ein linearer Zusammenhang. Bei entsprechend höheren Viskositäten und für sämtlich untersuchte Lösungen des Alkydharzes Alkydal F251 ergeben sich bis zu einem bestimmten Massenstrom, dem sog. kritischen Massenstrom, ebenfalls linearer Zusammenhänge. Nach Überschreiten des kritischen Massenstroms ändert sich die Abhängigkeit des Medianwertes vom Massenstrom sprunghaft. In den aufgeführten Diagrammen Abb. 4.29 bis Abb. 4.33 sind die Geradengleichungen für die Bereiche bis zu dieser Änderung dargestellt. Insgesamt gesehen ergeben sich für die Systeme EP304 und Alkydal F251 stärkere Abhängigkeiten des Medianwertes vom Massenstrom als für die anderen Systeme (vgl. Steigungen der Ausgleichsgeraden).

Der Grund für die sprunghafte Änderung des linearen Zusammenhangs zwischen Medianwert und Massendurchsatz nach Überschreiten des sog. kritischen Massenstroms liegt darin, dass der Zerstäubungsmechanismus (vgl. Kap. 4.1.2) wechselt. Die Änderung des Zerstäubungsmechanismus wird anhand von Nanolight-Aufnahmen in Abb. 4.34 für den Filmbildner Alkydal F251 sichtbar.

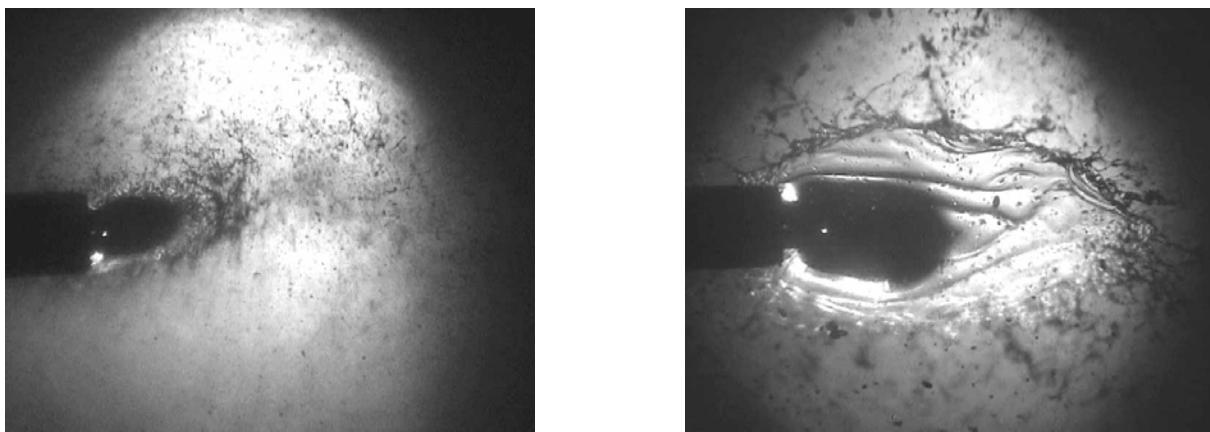


Abb. 4.34 Nanolightaufnahmen der USZ von Alkydal F251 in Xylool mit einer Viskosität von 523 mPa·s bei einer Schwingungsamplitude von 80 µm (links: 150 g/min, rechts: 200 g/min).

Dabei ergibt sich für den Filmbildner mit einer Viskosität von 523 mPa·s bei einem Massenstrom von 150 g/min die gewünschte stationäre Lamellenbildung. Wird der Massenstrom allerdings auf 200 g/min erhöht, entstehen große instationäre Lamellen, die erst weit außerhalb des Schallwechseldruckknotens zerfallen. Diese Änderung des Zerstäubungsmechanismus äußert sich in einer deutlich stärkeren Verschiebung der Partikelgrößenverteilung zu größeren Teilchendurchmessern. Zusätzliche Informationen über die Änderung der Lamellenbildung bzw. des Zerstäubungsmechanismus können anhand von Leistungsmessungen der Generatoren gewonnen werden. In Abb. 4.35 und Abb. 4.36 sind die mittleren Leistungsaufnahmen der Generatoren in Abhängigkeit des Massenstroms für die verschiedenen Systeme dargestellt.

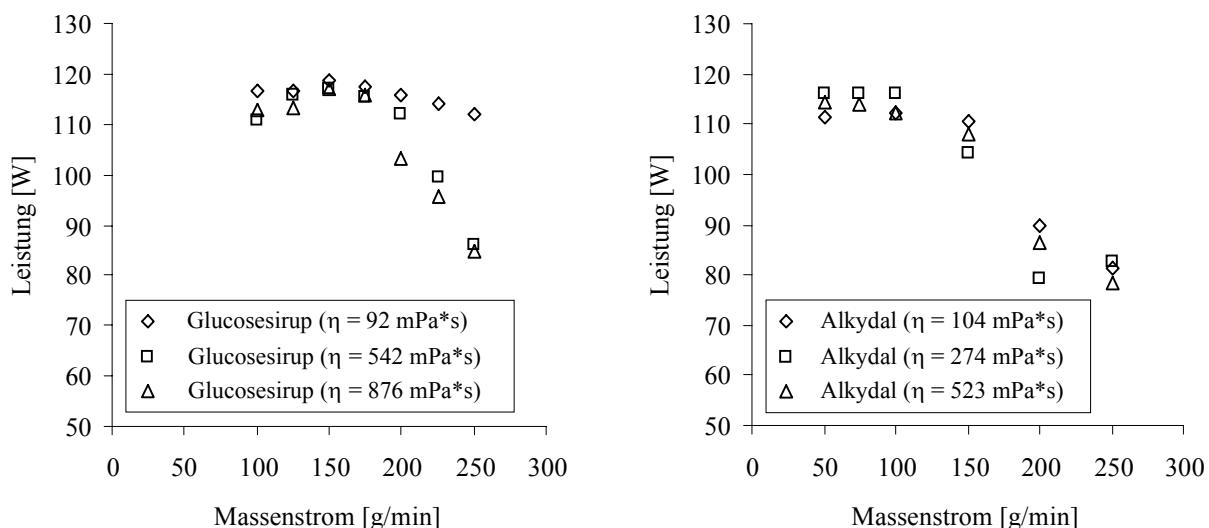


Abb. 4.35 Mittlere Leistungsaufnahme der Generatoren in Abhängigkeit des Massenstroms für verschiedene Viskositäten von Glucosesirup und Alkydal F251.

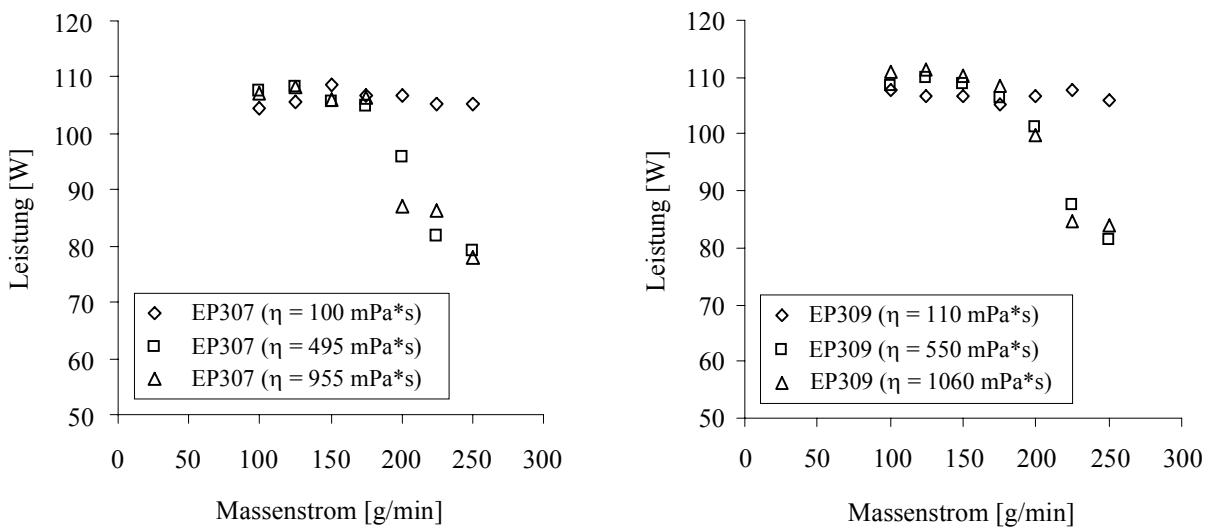


Abb. 4.36 Mittlere Leistungsaufnahme der Generatoren in Abhängigkeit des Massenstroms für verschiedene Viskositäten von EP307 und EP309

Dabei ist zu erkennen, dass der Abfall der Leistungsaufnahme nach Überschreiten des kritischen Massenstroms mit einem entsprechend stärkeren Anstieg der Medianwerte korreliert. Somit können beide Messgrößen als Indiz der Änderung der Lamellenbildung verwendet werden.

Wird die Änderung des Zerstäubungsmechanismus in Abhängigkeit des Massendurchsatzes für alle untersuchten Systeme betrachtet, so ist tendenziell festzustellen, dass bei Erhöhung der Viskosität bereits bei geringeren Massenströmen ein Wechsel des Mechanismus zu verzeichnen ist. Allgemein wird für die niedrigviskosen Systeme ($\eta \approx 100 \text{ mPa}\cdot\text{s}$) mit den schwerflüchtigen Lösemitteln BDGA bzw. Wasser selbst bei Massenströmen von 250 g/min noch nicht der kritische Massenstrom erreicht. Nur für den in Xylol gelösten Filmbildner Alkydal F251 wird schon bei niedrigen Viskositäten der kritische Massenstrom bei ca. 150 g/min erzielt. Da das rheologische Verhalten im Viskositätsbereich von $\eta \approx 100 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ für alle Systeme nahezu ideal newtonsch ist und auch die Dichte- bzw. Oberflächenspannungsunterschiede zu vernachlässigen sind, ist für dieses Verhalten der Grund in dem deutlich leichter flüchtigen Lösemittel Xylol zu sehen. Offensichtlich verdampft bereits während der Lamellenbildung ein Teil des Lösemittels, so dass eine Änderung des rheologischen Verhaltens in der sich ausbildenden Lamelle einsetzt, wodurch der Wechsel des Zerstäubungsmechanismus bereits bei niedrigeren Massenströmen einsetzt. Dadurch liegt der kritische Massenstrom für sämtliche untersuchte Alkydallösungen im Vergleich zu den anderen Systemen niedriger.

Vergleicht man die in BDGA gelösten Epoxidharze untereinander, ist festzustellen, dass mit zunehmender Molmasse in der Reihenfolge von EP304, EP307 bis hin zu EP309 bei vergleichbaren Viskositäten sich der kritische Massenstrom reduziert. Da alle anderen stoffspezi-

fischen Daten nahezu identisch sind, ist der Grund hierfür in den unterschiedlichen Festkörpergehalten und der dadurch bedingt unterschiedlichen Strukturviskosität zu sehen.,.

Eine weitere wichtige **Einflussgröße auf die PGV ist die Schwingungsamplitude**. Sie ist maßgeblich für den maximalen Schallwechseldruck verantwortlich. Zudem stellt sie hinsichtlich der Verfahrensparameter die wichtigste Einflussgröße dar, mit der die Zerstäubungsgüte bzw. Partikelgrößenverteilung beeinflusst werden kann. Somit spielt die Schwingungsamplitude eine ähnliche Rolle wie etwa die Drehzahleinstellung bei einer Hochrotationszerstäubung. In verschiedenen Versuchsreihen wird sowohl der Einfluss der Schwingungsamplitude auf verschiedene Massenströme als auch auf unterschiedliche Viskositäten der Polymerlösungen untersucht.

In Abb. 4.37 sind die $d_{50,3}$ -Werte des Filmbildners Alkydal F251 mit einer Viskosität von $\eta = 274 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ für verschiedene Massenströme in Abhängigkeit der Schwingungsamplitude dargestellt.

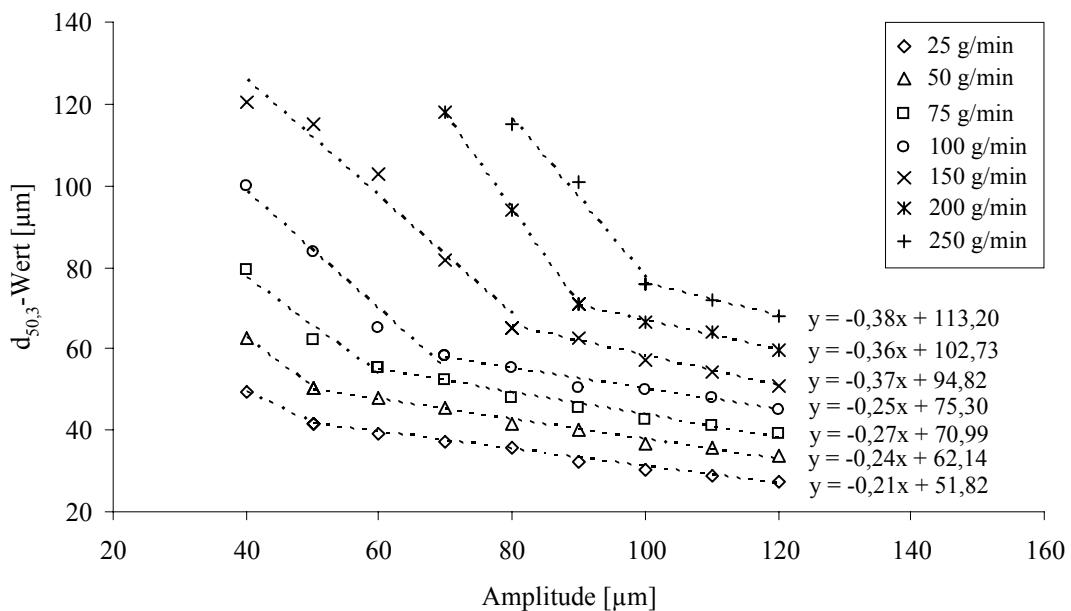


Abb. 4.37 Einfluss der Schwingungsamplitude auf den $d_{50,3}$ -Wert für verschiedene Massenströme von Alkydal F251($\eta = 274 \text{ mPa}\cdot\text{s}$).

Es ist zu erkennen, dass sich oberhalb einer sog. Mindestamplitude für den untersuchten Bereich ein linearer Zusammenhang zwischen $d_{50,3}$ -Wert und Schwingungsamplitude ergibt. Ähnlich wie bei der Untersuchung im vorherigen Abschnitt, indem ein Wechsel des Zerstäubungsmechanismus oberhalb des kritischen Massenstroms erkannt wurde, ändert sich hier unterhalb einer Mindestamplitude die Lamellenbildung. Aus den Ergebnissen der Abb. 4.37

geht hervor, dass der kritische Massenstrom durch größere Schwingungsamplituden erhöht werden kann. Daher muss zum Erhalt des Zerstäubungsmechanismus für hohe Massendurchsätze der Schallwechseldruck bzw. die Schwingungsamplitude entsprechend angepasst werden (zu bemerken ist hier allerdings, dass die verwendete Ultraschallanlage in Kombination mit den Schwingereinheiten auf Schwingungsamplituden von 125 μm begrenzt ist). Als weitere Maßnahmen zur Beeinflussung des Schwallwechseldrucks bzw. der Variation der Schwingungsamplitude seien hier der Resonanzabstand (z.B. 3- und 5-Knotenfeld), Sonotrodenform und -größe (Fokussierung des Schalls) erwähnt.

In Abb. 4.37 sind die Messwerte der jeweiligen Messreihen oberhalb der Mindestamplitude durch lineare Regression angepasst. Ein Vergleich der Steigungen der resultierenden Geraengleichungen zeigt, dass mit zunehmendem Massenstrom der Einfluss der Schwingungsamplitude zunimmt.

Die Abhängigkeit der $d_{50,3}$ -Werte vom effektiven Schallwechseldruck p_{eff} zeigt Abb. 4.38.

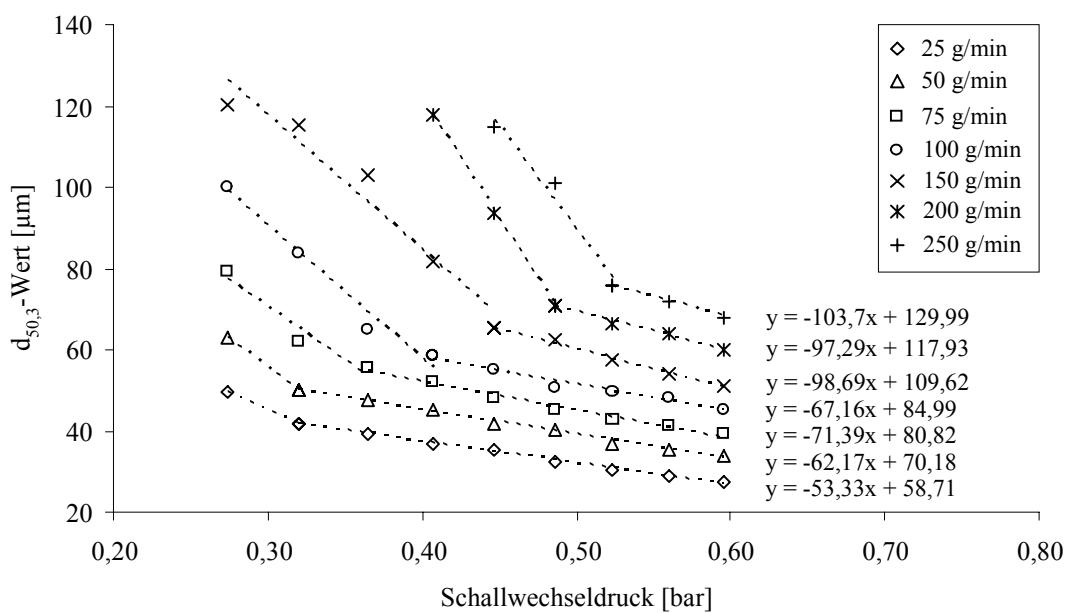


Abb. 4.38 Einfluss des effektiven Schallwechseldrucks auf den $d_{50,3}$ -Wert für verschiedene Massenströme von Alkydal F251($\eta = 274 \text{ mPa}\cdot\text{s}$).

Die Werte für p_{eff} werden durch Einsetzen der entsprechenden Schwingungsamplitude für ein 5-Knotenfeld unter Normaldruck in Gl. 3.18 (s. S. 27) erhalten. Erwartungsgemäß haben beide Darstellungen einen ähnlichen Verlauf. Dies liegt daran, dass für den untersuchten Bereich

der Schwingungsamplituden und dem daraus resultierenden effektiven Schallwechseldruck ein gut angenäherter linearer Zusammenhang besteht¹ (vgl. Abb. 4.39).

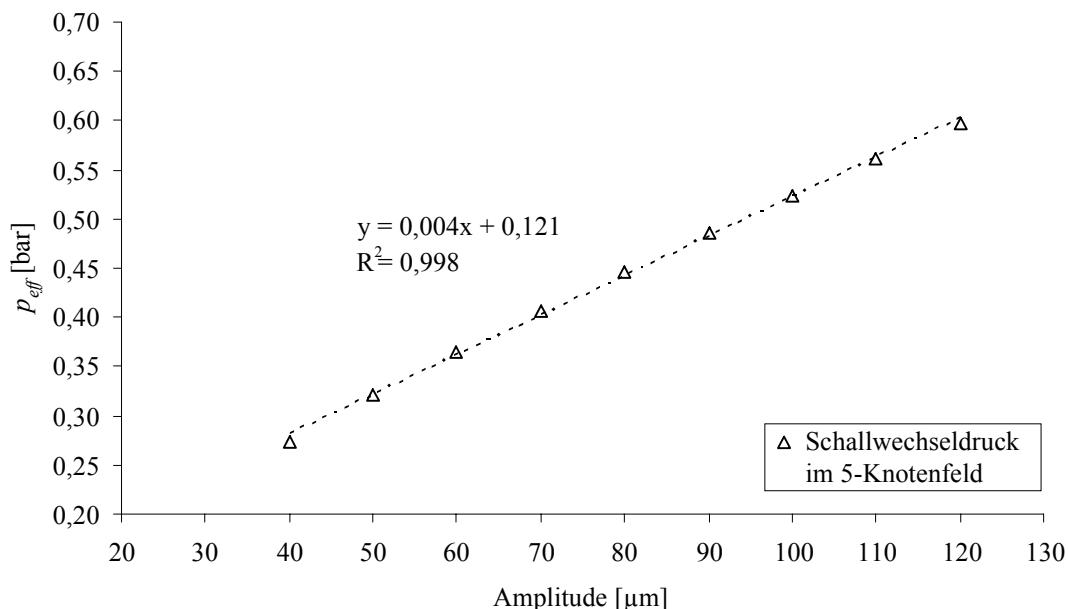


Abb. 4.39 Abhängigkeit des effektiven Schallwechseldrucks von der Schwingungsamplitude für ein 5-Knotenfeld bei Normaldruck.

Daher können beide Darstellungsvarianten verwendet werden, ohne dass sich nennenswerte Unterschiede ergeben.

Im Folgenden wird die Änderung der $d_{50,3}$ -Werte in Abhängigkeit vom Schallwechseldruck für ein 3- und 5-Knotenfeld vergleichend untersucht. Aus der Gleichung Gl.3.18 (s. S. 27) für den effektiven Schallwechseldruck ergibt sich für die relative Änderung des Schallwechseldrucks bei Variation der Schwingungsamplitude folgender Zusammenhang:

$$\Delta p_{eff} \propto \frac{A_1^{0,71}}{A_2^{0,71}} - 1 \quad \text{Gl. 4.4}$$

Als Bezugsamplitude A_2 wird die maximal einstellbare Schwingungsamplitude von 120 μm verwendet. In Tabelle 4.6 sind die errechneten relativen Schallwechseldruckänderungen für die entsprechend niedrigeren Schwingungsamplituden als prozentuale Verringerung aufgelistet.

¹ Genau genommen besteht zwischen dem effektiven Schallwechseldruck und der Schwingungsamplitude ein Zusammenhang in Form einer Potenzfunktion (vgl. Gl. 3.18).

tet. Zusätzlich sind in der Tabelle die prozentualen Erhöhungen der $d_{50,3}$ -Werte wiedergegeben. Die Absolutwerte bei einer Schwingungsamplitude von 120 μm dienen als Bezugswerte.

Tabelle 4.6 prozentuale Veränderungen von Schallwechseldruck und $d_{50,3}$ -Werten bei Variation der Schwingungsamplitude für verschiedene Massenströme von Alkydal F251 ($\eta=274 \text{ mPa}\cdot\text{s}$)

Amplitude [μm]	Δp_{eff} [%]	25 g/min		50 g/min		100 g/min		150 g/min	
		$d_{50,3}$ [μm]	$\Delta d_{50,3}$ [%]						
120	Ref.	27,54	Ref.	33,72	Ref.	45,02	Ref.	51,01	Ref.
110	- 6,0	28,65	+ 4,0	35,45	+ 5,1	48,10	+ 6,8	54,23	+ 6,3
100	- 12,1	30,26	+ 9,9	36,70	+ 8,8	49,88	+ 10,8	57,31	+ 12,3
90	- 18,5	32,28	+ 17,2	40,26	+ 19,4	50,57	+ 12,3	62,41	+ 22,3
80	- 25,0	35,46	+ 28,8	41,65	+ 23,5	55,29	+ 22,8	65,30	+ 28,0
70	- 31,8	36,97	+ 34,3	45,25	+ 34,2	58,33	+ 29,6	81,65	+ 60,1
60	- 38,9	39,27	+ 42,6	47,89	+ 42,0	65,13	+ 44,7	102,82	+ 101,6
50	- 46,3	41,75	+ 51,6	50,26	+ 49,0	83,87	+ 86,3	115,07	+ 125,6
40	- 54,2	49,55	+ 79,9	62,83	+ 86,3	99,91	+ 121,9	120,42	+ 136,1

Bei einem Vergleich der Ergebnisse ist festzustellen, dass sich die prozentualen Änderungen der $d_{50,3}$ -Werte im Bereich der stationären Lamellenbildung genau gegenläufig zur prozentualen Änderung des Schallwechseldrucks verhalten. Nach Unterschreiten der Mindestamplitude, die massenstromabhängig ist, weichen die prozentualen Änderungen für den Schallwechseldruck Δp_{eff} und den Medianwert $\Delta d_{50,3}$ stark voneinander ab, da der typische Zerstäubungsmechanismus nicht mehr vorliegt. In der Tabelle 4.6 sind die Werte für diesen Bereich grau hinterlegt.

In Abb. 4.40 bis Abb. 4.43 sind die Abhängigkeiten des Medianwertes und des maximalen Tropfendurchmessers von der Schwingungsamplitude für verschiedene Viskositäten der unterschiedlichen Epoxidharze und vom Glucosesirup bei einem Massenstrom von 100 g/min dargestellt.

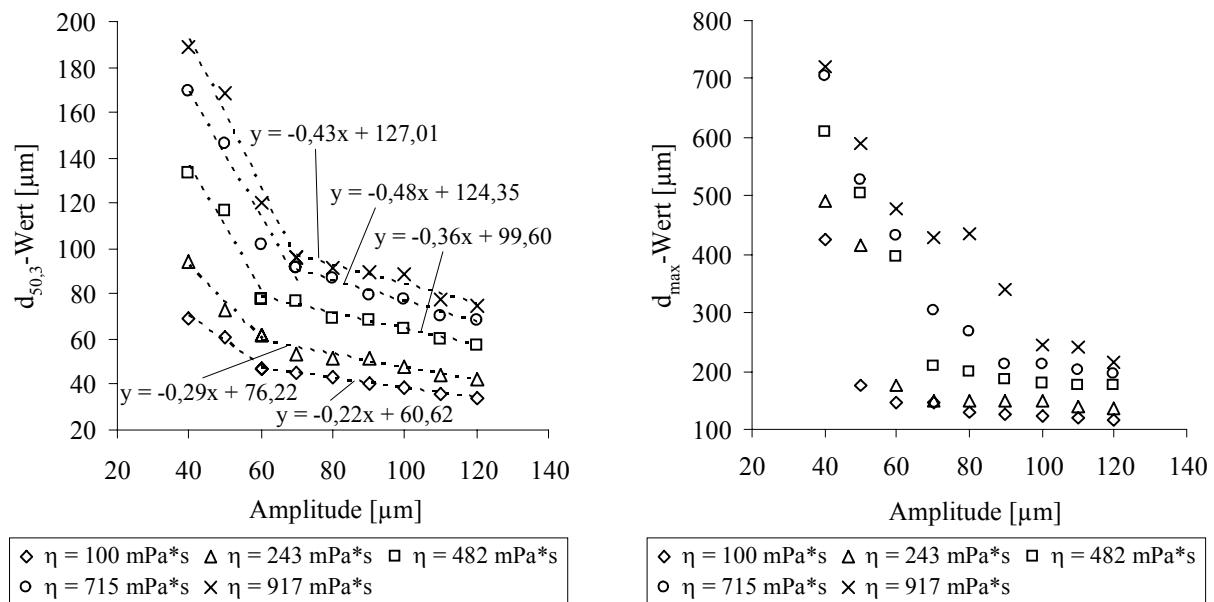


Abb. 4.40 Einfluss der Schwingungsamplitude auf den $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Wert für verschiedene Viskositäten von EP304 (Massenstrom = 100 g/min).

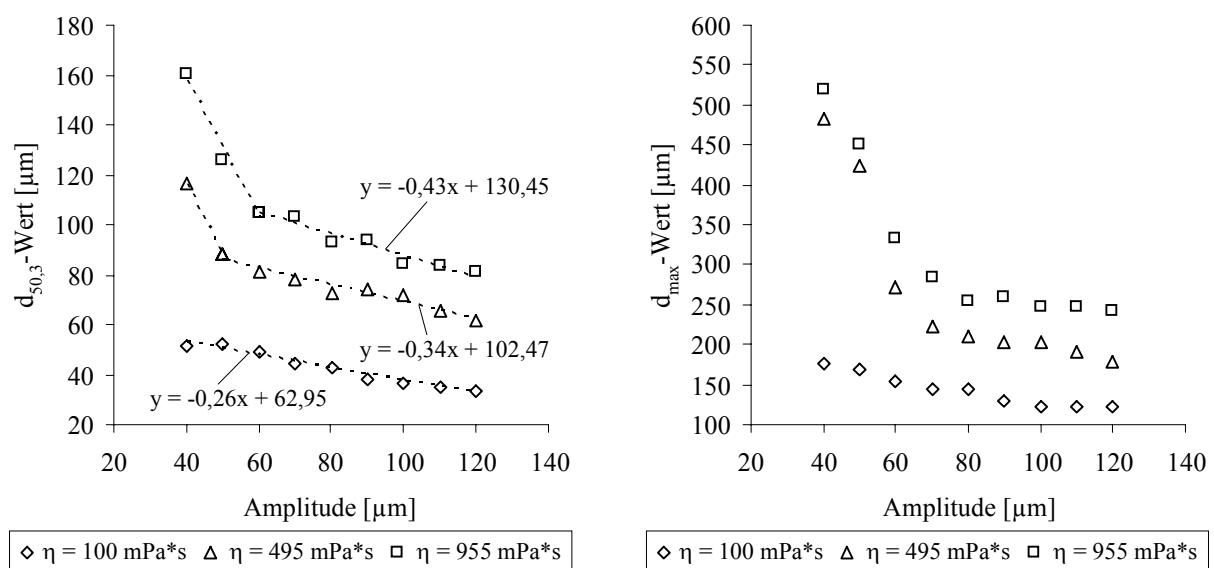
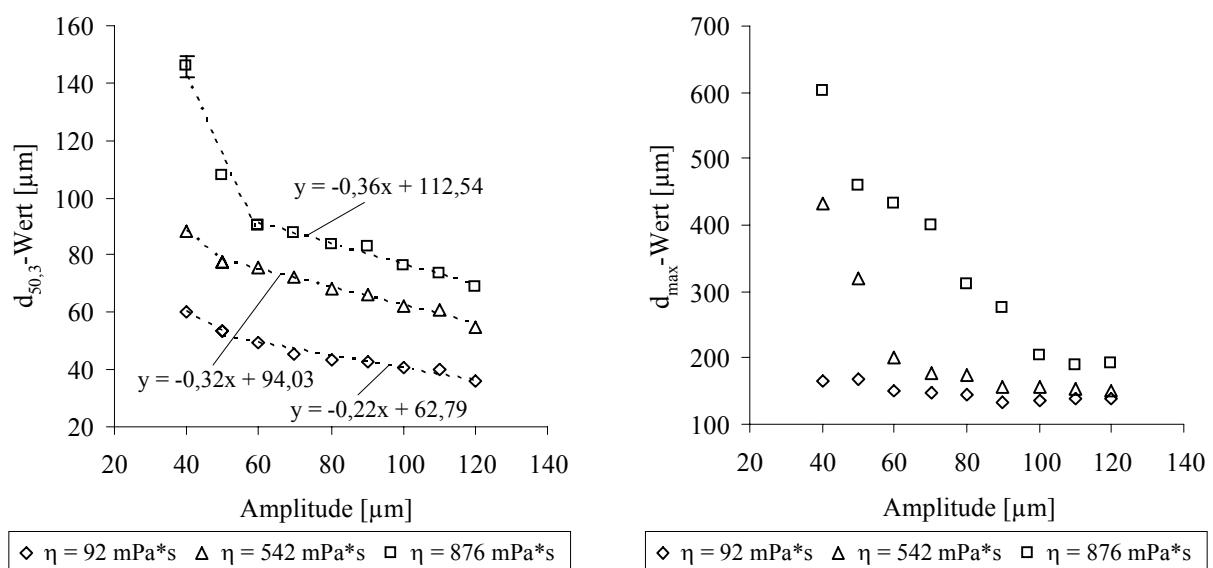
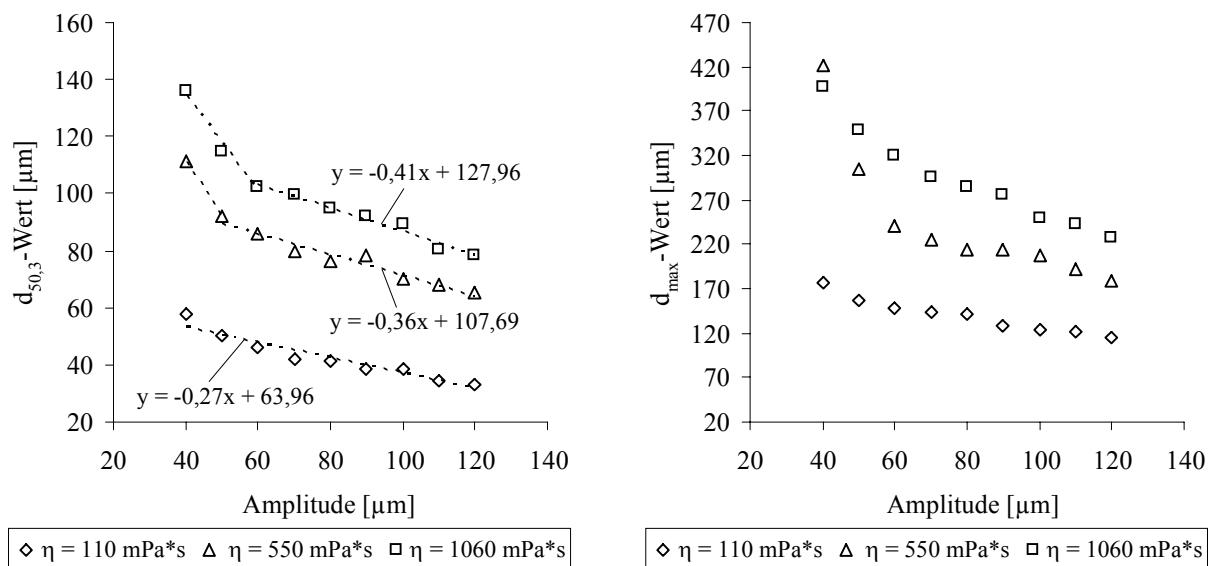


Abb. 4.41 Einfluss der Schwingungsamplitude auf den $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Wert für verschiedene Viskositäten von EP 307 (Massenstrom = 100 g/min).



Auch hier ist zu erkennen, dass nach Überschreiten einer Mindestamplitude ein linearer Zusammenhang zwischen $d_{50,3}$ -Wert und Schwingungsamplitude vorliegt. Die $d_{50,3}$ -Werte sind ebenfalls durch Ausgleichsgeraden (lineare Regression) angepasst. Insgesamt gesehen lassen sich aus den Diagrammen zwei Folgerungen ziehen. Zum einen nehmen die Steigungen der Ausgleichsgeraden mit steigenden Viskositäten tendenziell zu, was bedeutet, dass die Abhängigkeit der Partikelgrößenverteilung von der Schwingungsamplitude für hohe Viskositäten besonders groß ist. Zum anderen nimmt die geforderte Mindestamplitude mit steigender Viskosität zu.

In Tabelle 4.7 sind wieder neben den prozentualen Änderungen der $d_{50,3}$ -Werte auch die errechneten Schallwechseldruckänderungen für das Epoxidharz EP304 aufgeführt. Die Werte, bei denen die Mindestamplitude noch nicht erreicht ist, sind grau hinterlegt. Bei genauer Analyse der Werte ist auch hier zu erkennen, dass nach Überschreiten der Mindestamplitude die prozentualen Änderungen des Schallwechseldrucks den Änderungen der $d_{50,3}$ -Werte mit entgegengesetztem Vorzeichen entsprechen.

Tabelle 4.7 Prozentuale Veränderungen von Schallwechseldruck und $d_{50,3}$ -Werten bei Variation der Schwingungsamplitude für verschiedene Viskositäten von EP 304 ($m=100 \text{ g/min}$).

Amplitude [μm]	Δp_{eff} [%]	243 mPa·s		482 mPa·s		715 mPa·s		917 mPa·s	
		$d_{50,3}$ [μm]	$\Delta d_{50,3}$ [%]						
120	Ref.	41,81	Ref.	56,96	Ref.	68,44	Ref.	74,29	Ref.
110	- 6,0	44,18	+ 5,7	59,67	+ 4,8	69,87	+ 2,1	77,75	+ 4,7
100	- 12,1	48,00	+ 14,8	64,75	+ 13,7	77,43	+ 13,1	88,60	+ 19,3
90	- 18,5	51,10	+ 22,2	68,15	+ 19,7	79,17	+ 15,7	89,32	+ 20,2
80	- 25,0	51,66	+ 23,5	69,21	+ 21,5	86,80	+ 26,8	91,87	+ 23,7
70	- 31,8	53,51	+ 28,0	76,24	+ 33,9	91,45	+ 33,6	95,71	+ 28,8
60	- 38,9	60,33	+ 44,3	77,68	+ 36,4	102,02	+ 49,1	120,00	+ 61,5
50	- 46,3	72,53	+ 73,5	116,81	+ 105,1	146,00	+ 113,3	168,00	+ 126,1
40	- 54,2	94,35	+ 125,7	133,19	+ 133,8	169,65	+ 147,9	189,12	+ 154,6

Die Änderungen der d_{\max} -Werte mit der Schwingungsamplitude in der Tendenz vergleichbar mit denen der $d_{50,3}$ -Werte. Jedoch nähern sich die Werte bei hohen Schallintensitäten einem Grenzwert, der mit steigendem Massenstrom und Viskosität größer wird. Inwieweit die tatsächlich gebildeten maximalen Tropfengrößen von Fehlteilchen, die durch die Sonotrodenverschmutzung in Erscheinung treten, überlagert werden, ist derzeit noch nicht geklärt. Abschließend ist zu konstatieren, dass für den praktischen Einsatz der USZ als Applikationstechnik für Beschichtungsstoffe sowohl die $d_{50,3}$ - als auch die d_{\max} -Werte für Massenströme größer 100 g/min zu hoch sind. Im Allgemeinen liegen die Medianwerte bei der konventionellen Applikation von Beschichtungsstoffen meist zwischen 20 und 35 μm und die maximalen Tropfendurchmesser zwischen 80 und 120 μm . Dadurch können hochwertige Beschichtungen mit guten optischen Eigenschaften (u. a. Verlauf und Glanz) erzielt werden.

Von besonderem **Einfluss auf die PGV** ist ohne Zweifel die **Viskosität** während der Zerstäubung. Sie ist neben der Oberflächenspannung die entscheidende Einflussgröße die einer Zerstäubung eines Fluids entgegenwirkt. Im Gegensatz zur Oberflächenspannung ist die Viskosität wesentlich stärker von Temperatur- und Konzentrationsänderungen abhängig. Die aktuelle Viskosität ist letztlich ausschlaggebend, ob ein Beschichtungsstoff mit der entsprechenden Applikationstechnik verarbeitet werden kann. Denn besonders hohe Viskositäten verhindern die Bildung kleiner Tropfen bzw. fördern das Auftreten großer Tropfen.

In Abb. 4.44 und Abb. 4.45 sind die Abhängigkeiten der $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte von der Viskosität für die Filmbildner EP304 und Alkydal F251 für verschiedene Massenströme bzw. in Abb. 4.46 im Falle des EP304 für verschiedene Schwingungsamplituden dargestellt. Für die Untersuchung werden lediglich Massenströme von 50, 100 und 150 g/min eingestellt. So ist zu garantieren, dass bei einer Schwingungsamplitude von 80 μm der Bereich der stationären Lamellenbildung nicht verlassen wird. Ansonsten besteht die Gefahr, dass der Einfluss der Viskosität auf die Partikelgrößenverteilung von mechanistischen Effekten überlagert wird.

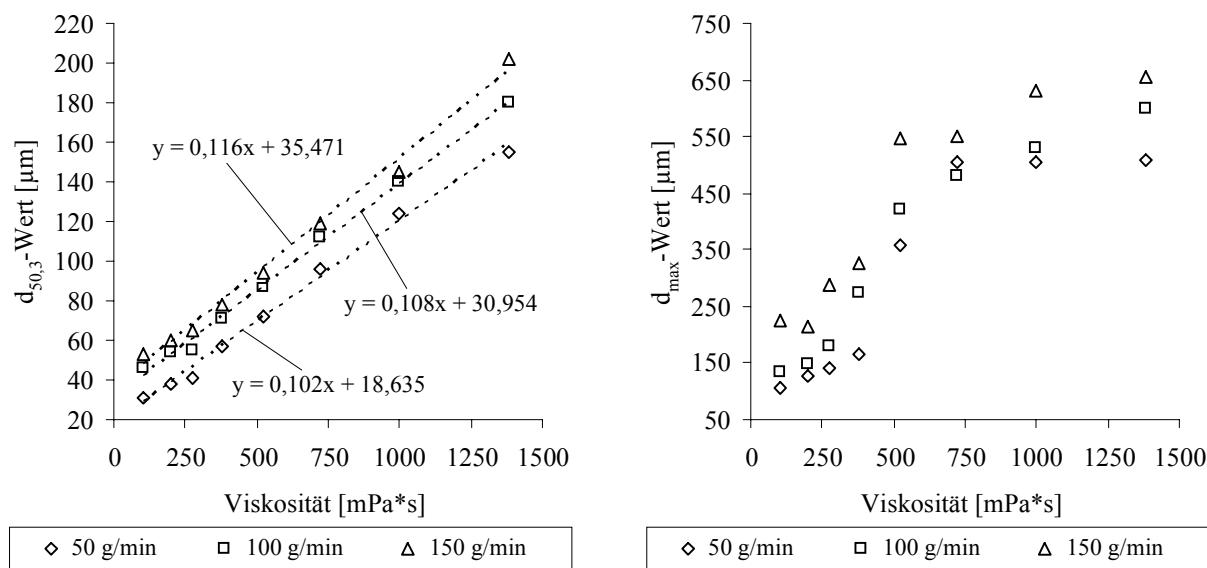


Abb. 4.44 Einfluss der Viskosität auf den $d_{50,3}$ - und d_{\max} Wert für verschiedene Massenströme von Alkydal F251 (Schwingungsamplitude = 80 μm).

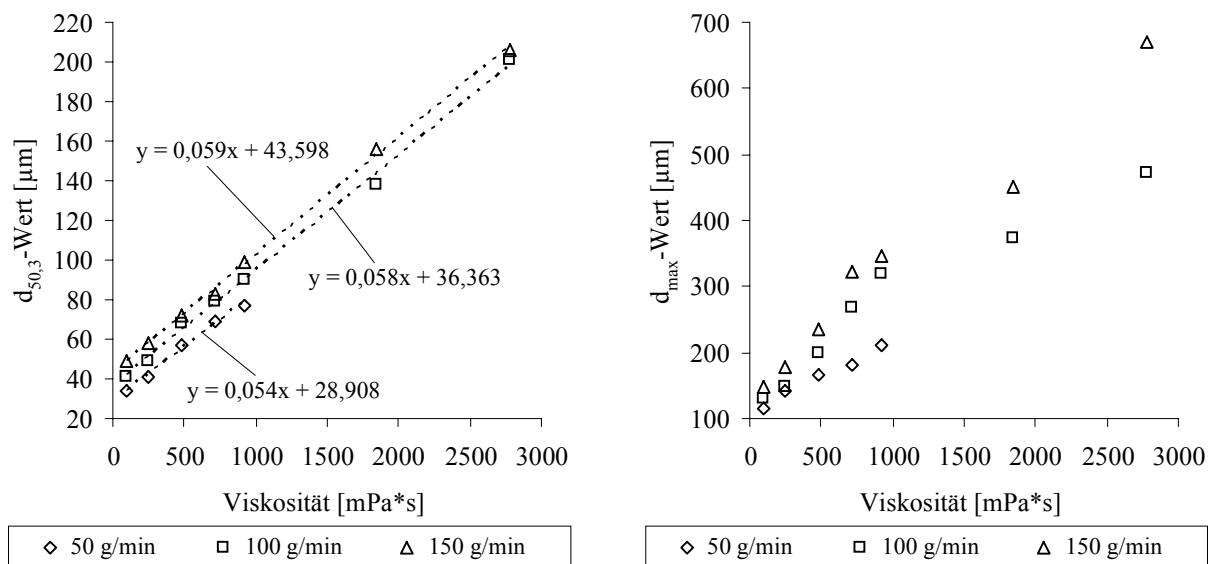


Abb. 4.45 Einfluss der Viskosität auf den $d_{50,3}$ - und d_{\max} Wert für verschiedene Massenströme von EP304 (Schwingungsamplitude = 80 μm).

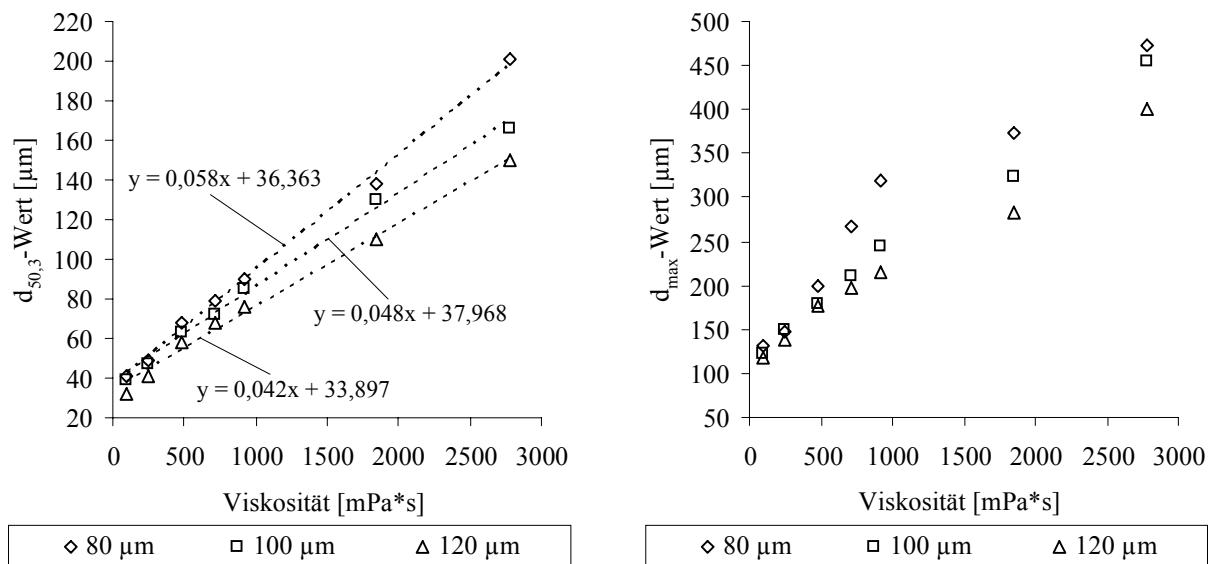


Abb. 4.46 Einfluss der Viskosität auf den $d_{50,3}$ - und d_{\max} Wert für verschiedene Schwingungsamplituden von EP304 (Massenstrom = 100 g/min).

Aus den Diagrammen geht hervor, dass sich bezüglich der $d_{50,3}$ -Werte und dem untersuchten Viskositätsbereich ein gut angenäherter linearer Zusammenhang ergibt. Anhand der Gleichungen der Ausgleichsgeraden ist zu erkennen, dass der Viskositätseinfluss auf den Medianwert bei verschiedenen Massendurchsätzen materialspezifisch mit Steigungen von 0,042 bis 0,059 für EP304 und 0,10 bis 0,12 für Alkydal F251 nahezu konstant ist. Eine vergleichbare Aussage lässt sich bei Variation der Schwingungsamplitude treffen. Die stärkere Viskositätsabhängigkeit bei der Zerstäubung von Alkydal F251 im Vergleich zu EP304 kann mit der unterschiedlichen Flüchtigkeit der eingesetzten Lösemittel begründet werden. Denn gerade

mit zunehmender Viskosität wirken sich kleinste Lösemitteländerungen immer stärker auf das rheologische Verhalten aus, so dass sich die effektive Viskosität während des Desintegrationsprozesses unterschiedlich stark ändert. Der maximale Tropfendurchmesser d_{\max} steigt mit zunehmender Viskosität überproportional an. Beispielsweise liegt für Alkydal F251 selbst bei geringen Massenströmen der maximale Tropfendurchmesser bereits bei einer Viskosität von etwa 500 mPa·s schon über 350 µm. Für die gelösten Epoxidharze sind die Werte bei vergleichbaren Viskositäten stets niedriger. Dennoch sind insgesamt gesehen die maximalen Tropfendurchmesser der untersuchten Materialien für eine Applikation als Beschichtungsstoff schon bei mittleren Viskositäten von etwa 500 mPa·s zu hoch.

Bereits in den vorherigen Abschnitten wurden die Abhängigkeiten zwischen den verschiedenen Einflussgrößen wie z.B. der Viskosität auf die Partikelgrößenverteilung für die unterschiedlich gelösten Substanzen untersucht. Zum größten Teil wurden dabei die Einflüsse der einzelnen Materialien diskutiert. Zum Abschluss dieses Abschnitts werden die **$d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte in Abhängigkeit von den einzelnen Polymerlösungen vergleichend beurteilt**. Zusätzlich wird ein Sensitivitätsdiagramm aufgestellt und wie bei den konventionellen Zerstäubungstechniken (vgl. Kap. 3.2) diskutiert.

In Abb. 4.47 sind die Änderungen der Medianwerte und der maximalen Tropfendurchmesser in Abhängigkeit der Viskosität dargestellt.

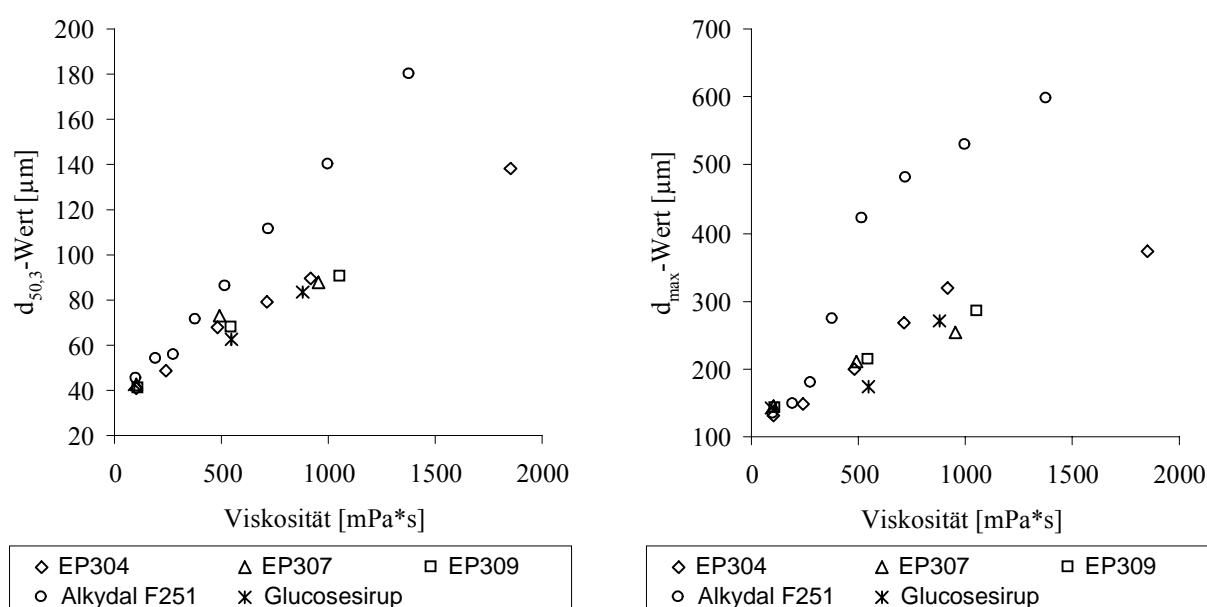


Abb. 4.47 Vergleich der $d_{50,3}$ - und d_{\max} Werte der verschiedenen Materialien bei Änderung der Viskosität (Schwingungsamplitude = 80 µm, Massenstrom = 100 g/min).

Anhand des Diagramms ist zu erkennen, dass die Medianwerte und die maximalen Tropfendurchmesser bei niedrigen Viskositäten für sämtliche Substanzen sehr nahe beieinander liegen. Somit sind für diesen Bereich keine signifikanten Unterschiede zu erkennen. Der Grund hierfür ist in dem rheologischen Verhalten der Materialen zu sehen, da bei den niedrigen Viskositäten ein nahezu ideal newtonsches Fließverhalten vorliegt. Erst für höhere Viskositäten spielen materialspezifische Eigenschaften, die sich in der Ausbildung einer Strukturviskosität äußern, eine größere Rolle. Zusätzlich gewinnt die Lösemittelbeschaffenheit bzw. Lösemittelflüchtigkeit an Einfluss, da besonders bei höheren Viskositäten geringste Lösemitteländerungen diese stark verändern [71]. So steigen die Medianwerte für den in Xylol gelösten Filmbildner Alkydal F251 im Vergleich zu den anderen Substanzen in Abhängigkeit der Viskosität deutlich stärker an. Denn bereits während der Lamellenbildung respektive Tropfenbildung verdunstet ein Teil des Lösemittels, so dass die Viskosität während des Desintegrationsprozesses ansteigt. Dadurch wird die Partikelgrößenverteilung zu größeren Teilchen verschoben, zumal ein zusätzlicher sekundärer Tropfenzerfall [59] stärker unterbunden wird.

Ein Vergleich der $d_{50,3}$ -Werte von Substanzen, die in den schwerer flüchtigen Lösemitteln BDGA bzw. Wasser gelöst sind, zeigt, dass über den gesamten Viskositätsbereich nahezu identische Werte erhalten werden. Da diese Systeme sich vor allem in ihrer Oberflächenspannung unterscheiden (s. Anhang 7.2), ist offensichtlich diese Einflussgröße nicht von entscheidender Bedeutung für eine optimale Zerstäubung. Zu einem ähnlichen Ergebnis gelangte *Hansmann* [55], der die Zerstäubung von Glycerin und Drivanil-Wasser in einem Ultraschallstehwellenfeld untersuchte. Auch die Dichte (s. Anhang 7.2) der untersuchten Polymere ist nicht von höchster Sensitivität für den Zerstäubungsprozess. Für pigmentierte Systeme ist allerdings davon auszugehen, dass sie sich in ihrem Zerstäubungsverhalten grundsätzlich anders verhalten, zumal sich neben der Dichte, je nach Pigmentart, auch die rheologischen Eigenschaften gravierend ändert.

In Abb. 4.48 und Abb. 4.49 sind die Medianwerte und maximalen Tropfendurchmesser der zerstäubten Materialien mit ähnlichen Viskositäten in Abhängigkeit der Schwingungsamplitude bzw. des Massenstroms dargestellt.

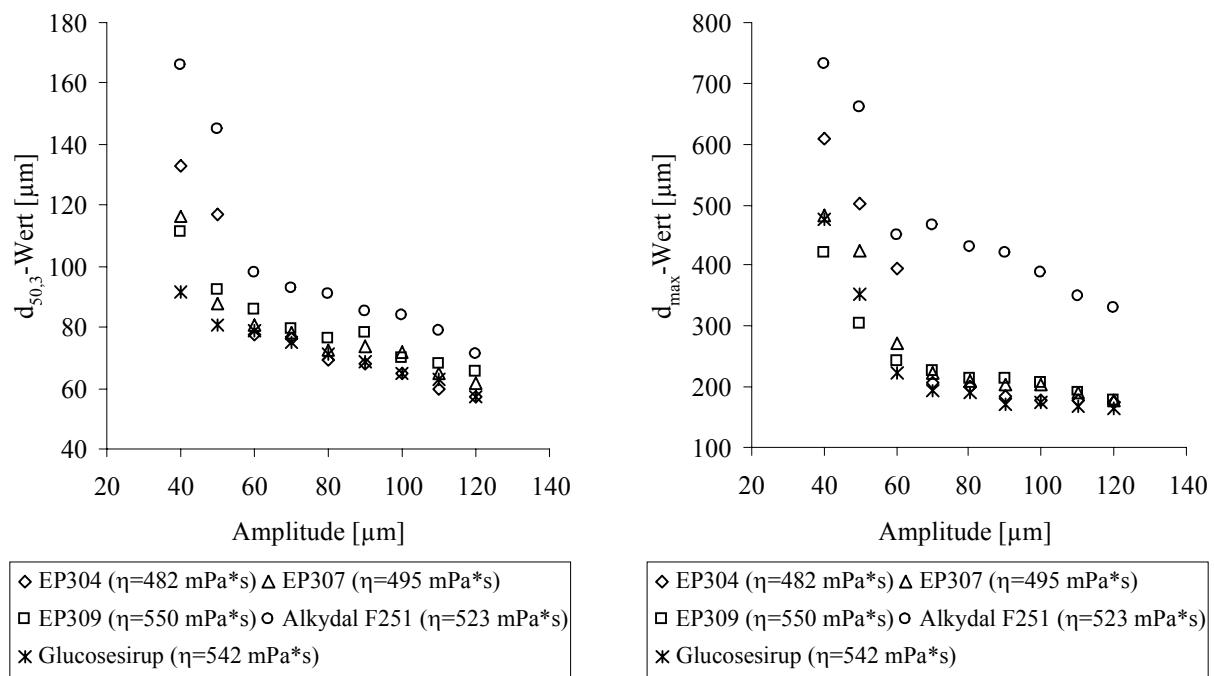


Abb. 4.48 Vergleich der d_{50,3}- und d_{max}-Werte der verschiedenen Materialien bei Variation der Schwingungsamplitude (Massenstrom = 100 g/min).

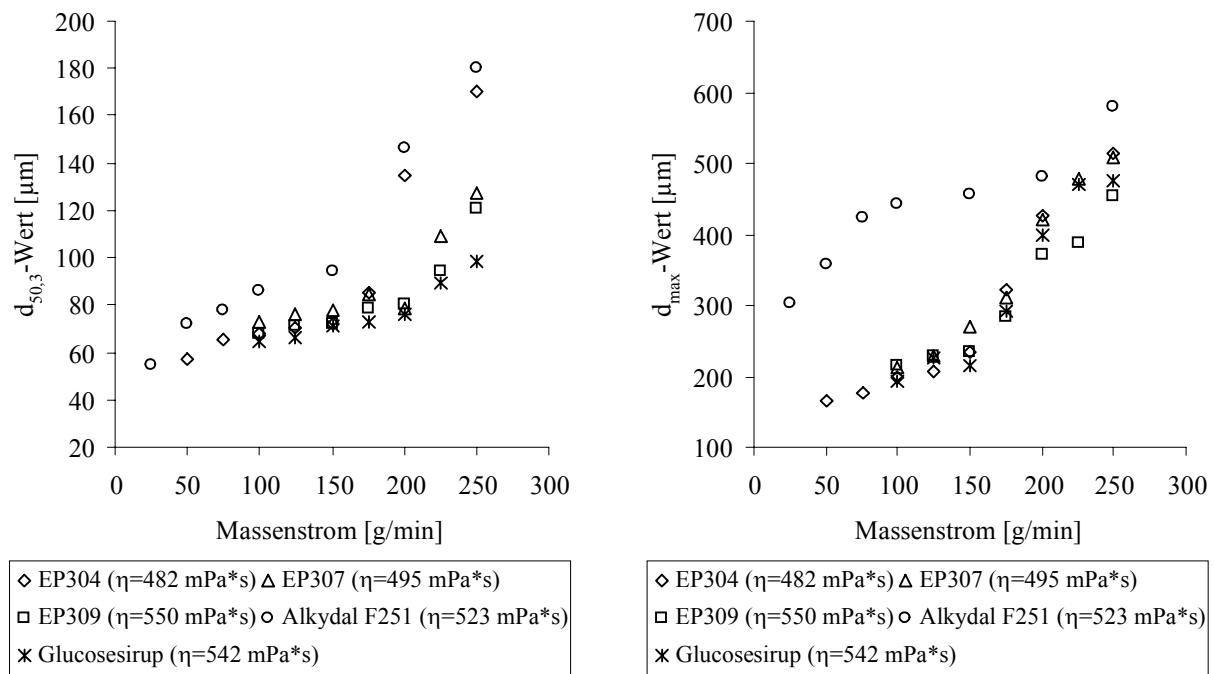


Abb. 4.49 Vergleich der d_{50,3}- und d_{max}-Werte der verschiedenen Materialien bei Variation des Massenstroms (Schwingungsamplitude = 80 μm).

Prinzipiell sind auch hier die schon beschriebenen Trends festzustellen. So ergeben sich die größten Differenzen zwischen den Alkydharzlösungen von Alkydal F251 und den restlichen Substanzen. Die Kennwerte der Partikelgrößenverteilung für die Epoxidharz- und Glucosesiruplösungen liegen deutlich dichter beieinander, wobei zu beachten ist, dass die Viskositätswerte nicht genau übereinstimmen.

Abschließend sind die Trends der wichtigsten Einflussgrößen auf die Partikelgrößenverteilung in einem sog. Sensitivitätsdiagramm veranschaulicht (s. Abb. 4.50).

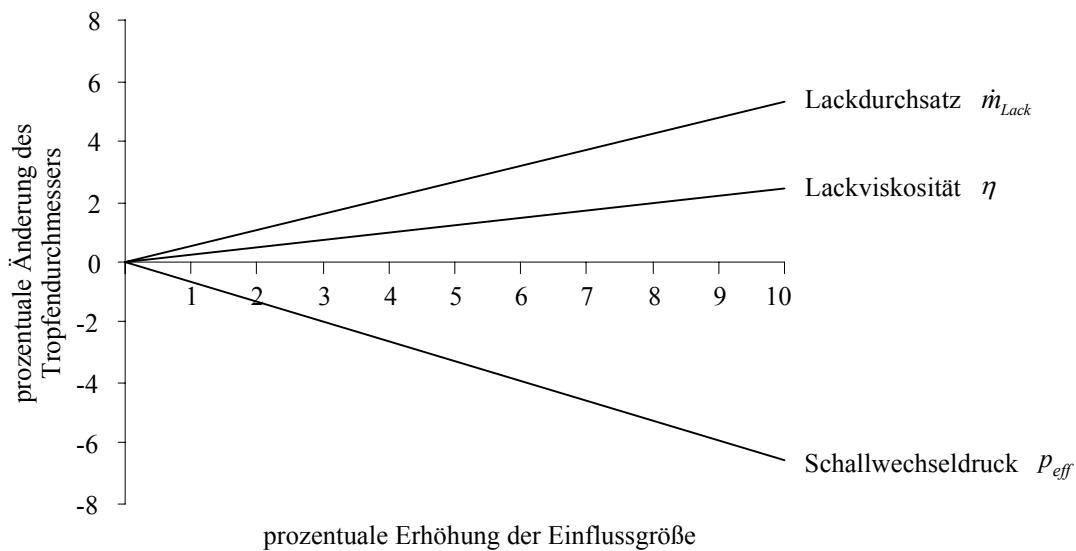


Abb. 4.50 Sensitivität der wichtigsten Variablen bei der USZ bezüglich des Einflusses auf die Tropfendurchmesser.

Die eingezeichneten Geraden stellen lediglich einen durchschnittlichen Trend dar. Feinheiten wie u.a. Lösemitteleinflüsse werden nicht erfasst. Zu bemerken ist, dass die linearen Trends nur innerhalb der für die USZ typischen Lamellenzerstäubung gültig sind. Die größte Änderung der Partikelgrößenverteilung wird durch eine Erhöhung des Schallwechseldrucks hervorgerufen. Viskositätsänderungen besitzen einen geringeren Einfluss als eine Änderung des Massen- bzw. Volumenstroms.

Trends für eine Dichte- und Oberflächenspannungsänderung sind nicht eingezeichnet, da keine eindeutigen Abhängigkeiten der gemessenen Partikelgrößenverteilungen gefunden werden konnten.

Fazit:

Die Verwendung von Lenkluft hat nach Überschreiten eines Drucks von 0,5 bar und einer Luftmenge von 42 NL/min einen Einfluss auf das Tropfenspektrum. Die Art der Lenkluftführung ist dabei für die erzeugte Partikelgrößenverteilung von großer Bedeutung. Es ergeben sich gerade bei höheren Luftpunkten Vorteile bei einer parallelen Luftführung entlang der Lamellenbildung. Um den tatsächlichen Einfluss der verschiedenen Parameter, die alleine auf die Kräfte des Ultraschalls zurückzuführen sind (vgl. Tabelle 4.2 bis

Tabelle 4.4), auf die USZ zu untersuchen, werden die Versuche standardmäßig bei einem Druck von 0,5 bar durchgeführt.

Die Verzerrung des Ultraschallstehwellenfeldes bei Erhöhung des Anstellwinkels von bis zu 6° führt zu keiner merklichen Beeinflussung der Schallfeldintensität (vgl. **4.1.2.1**, S. 43), so dass die Partikelgrößenverteilung in diesem Bereich konstant bleibt. Erst eine weitere Erhöhung führt zu Leistungseinbußen und Erzeugung eines Tropfengrößenspektrums mit größeren Teilchendurchmessern.

Zur Reduktion des Rücksprüheffektes und der Sonotrodenverschmutzung bei gleichzeitig optimaler Zerstäubungsperformance wird als Standardeinstellung ein Anstellwinkel von 2° gewählt.

Die Positionierung der Düse hat nicht nur Auswirkung auf die erzielte Partikelgrößenverteilung, sondern auch auf die Sprayausrichtung. So ist in x-Richtung dafür zu sorgen, dass sich die Düse im Knoten befindet, da sonst das Spray zu einer Seite hin abgelenkt wird, wodurch es zu einer verstärkten Materialablagerung auf einer Sonotrode kommt. Eine korrekte Positionierung in y-Richtung ist zur optimalen Lamellenausbildung und zur Vermeidung eines verstärkten Rücksprühens notwendig. Dabei hat sich eine Einstellung von 1,5 mm vor den zentralen Knotenpunkt bewährt.

Ein signifikanter Einfluss durch die Düse ist bei sehr geringen Massenströmen festzustellen. Für diesen Bereich eignen sich besonders Düsen mit geringen Durchmessern. Der Einsatz einer Düse mit einem Durchmesser von 1,5 mm führt über einen weiten Einstellbereich des Massenstroms zu guten Zerstäubungsergebnissen. Daher wird diese bei den durchgeführten Versuchen als Standarddüse verwendet.

Mit zunehmendem Resonanzabstand bzw. abnehmendem Schallwechseldruck findet insgesamt eine Zerstäubung zu größeren Teilchen statt. Allerdings wird dabei die Sonotrodenverschmutzung reduziert, wodurch weniger Fehlpartikeln entstehen und somit die Kennwerte für den maximalen Tropfendurchmesser und der relativen Verteilungsbreite Δ nicht nur geringer ausfallen, sondern auch einen besseren Bezug zur Theorie erlauben. In Hinblick auf die Untersuchung der USZ als mögliche Applikationstechnologie von Beschichtungsstoffen werden daher die Fluide in einem 5-Knotenfeld desintegriert. Insgesamt gesehen erhöhen sich die $d_{50,3}$ -Werte bei einem Wechsel von einem 3- zu einem 5-Knotenfeld um 22 bis 34 %. Interessanter-

weise liegt die prozentuale Änderung für den Schallwechseldruck (von ca. 28 %) mit der Änderung für den $d_{50,3}$ -Wert in einem vergleichbaren Bereich.

Für einen Einsatz der Ultraschallstehwellenzerstäubung als Herstellungsmethode von Feststoffpartikeln, insbesondere von Pulverlacken (vgl. Kap. 4.1.4), ist die Einstellung eines 3-Knotenfeldes vorteilhaft, da gebildete Fehlpartikeln problemlos abgesiebt werden können.

Die Zerstäubungsexperimente zur Ermittlung der Partikelgrößen in Abhängigkeit von der Schwebungsfrequenz bestätigt, dass zu geringe Frequenzdifferenzen zwischen den Schwingereinheiten für die USZ von Nachteil sind. Die Frequenzdifferenz sollte über 100 Hz liegen, um ein Pulsieren des Sprays und die Bildung großer Tropfen zu vermeiden. Eine Erhöhung der Schwebungsfrequenz bis auf etwa 300 Hz führt zu keiner signifikanten Änderung der Partikelgrößenverteilung, so dass problemlos größere Frequenzdifferenzen vorliegen können. Geringere Schwebungsfrequenzen als 10 Hz sind mit der verwendeten Anlage nur schwer und eine exakte Frequenzgleichheit gar nicht zu realisieren.

Bei der Untersuchung des Zerstäubungsmechanismus in Abhängigkeit vom Massenstrom zeigen Partikelgrößenverteilungen, die Leistung der Generatoren sowie die Aufzeichnung von Bildsequenzen mittels Nanolight-Technik, dass sich nach Überschreiten eines sog. kritischen Massenstroms der Zerstäubungsmechanismus ändert. Dadurch ist ein sprunghaft stärkerer Anstieg der Medianwerte mit dem Massenstrom zu verzeichnen. Bis zum Erreichen des kritischen Massenstroms ergibt sich ein linearer Zusammenhang mit den $d_{50,3}$ -Werten. Bezuglich der Leistungsaufnahmen findet nach Überschreiten des kritischen Massenstroms eine starke Abnahme der Leistungsaufnahme der Generatoren statt. Die Lamellenbildung bzw. der Zerstäubungsmechanismus ist aber nicht nur vom Massenstrom, sondern auch von der Schwingungsamplitude abhängig. Dabei ergibt sich nach Überschreiten einer Mindestamplitude für den untersuchten Bereich ein linearer Zusammenhang zwischen $d_{50,3}$ -Wert und Schwingungsamplitude. Ausgehend von einer 120 μm Schwingungsamplitude entspricht die prozentuale Verringerung des Schallwechseldrucks der damit verbundenen Erhöhung der $d_{50,3}$ -Werte. Insgesamt betrachtet können hohe Schwingungsamplituden zwar den kritischen Massenstrom heraufsetzen, allerdings sind selbst bei maximaler Schwingungsamplitude die $d_{50,3}$ - und d_{max} -Werte für hohe Massendurchsätze und Viskositäten hinsichtlich einer Applikation derartiger Materialien sehr hoch.

Die Viskosität des zu zerstäubenden Fluids hat als stoffspezifischer Materialparameter einen äußerst sensiblen Einfluss auf die resultierende Partikelgrößenverteilung. Besonders der maximale Tropfendurchmesser wird durch eine Viskositätserhöhung stark beeinflusst. Bei den gelösten Filmbildnern führt vor allem die Verwendung unterschiedlicher Lösemittel wegen der unterschiedlichen Abdunstgeschwindigkeit zu einem anderen Desintegrationsverhalten.

Die Polymerlösungen, die sich im niedrigviskosen Bereich nahezu ideal newtonisch verhalten, zeigen ein vergleichbares Desintegrationsverhalten im Ultraschallstehwellenfeld. Daher unterscheiden sich die charakteristischen Kennwerte der Partikelgrößenverteilung, die Medianwerte und die maximalen Tropfendurchmesser nicht signifikant voneinander. Trotz großer Unterschiede in der Dichte ($\rho = 0,98 - 1,29 \text{ g/ml}$) und der Oberflächenspannung ($\sigma = 24,7 - 78,1 \text{ mN/m}$) sind im newtonischen Bereich der Polymerlösungen keine nennenswerten Unterschiede im Desintegrationsverhalten zu erkennen. Somit ist der Einfluss dieser Stoffgrößen gegenüber der Viskosität wesentlich weniger sensitiv.

4.1.3.2 Ultraschallstehwellenzerstäubung mit elektrostatischer Unterstützung

Der Einfluss starker elektrischer Felder auf Zerstäubungsvorgänge wird besonders bei der rein elektrostatischen Zerstäubung ohne mechanische Hilfskräfte, wie z.B. zentrifugale oder aerodynamische Kräfte technisch genutzt. Anwendung finden solche Verfahren, die allein auf elektrostatischen Kräften basieren, u.a. bei Lackiervorgängen (AEG-Sprühspalt [72]) und bei Tintenstrahldruckern [73]. Ein Überblick über die physikalischen Grundlagen der elektrostatischen Zerstäubung wird in der Literatur durch Müller [74] und Kleber [75 - 77] gegeben.

Von besonderer Bedeutung für die Zerstäubung ist die Änderung der Oberflächenspannung eines Fluids unter elektrostatischer Aufladung. Hierüber berichtet Ruff *et al.* [78] bereits 1927, der die Abhängigkeit der Oberflächenspannung von der elektrischen Aufladung näher untersuchte. Er formulierte eine sog. effektive Oberflächenspannung der Flüssigkeit σ'_L und stellte einen Zusammenhang zwischen der Oberflächenladungsdichte ε_L eines Tropfens mit dem Radius r_t her:

$$\sigma'_L = \sigma_L - \pi \cdot r_t \cdot \varepsilon_L^2 \quad \text{Gl. 4.5}$$

Daraus ergibt sich, dass die Oberflächenspannung σ'_L eines Flüssigkeitstropfens unter dem Einfluss elektrischer Ladung in Abhängigkeit vom Radius und der Oberflächenladungsdichte ε_L ansteigt. Für den Grenzfall $\pi \cdot r_t \cdot \varepsilon_L^2 = \sigma_L$ wird σ'_L gleich null. Unter dieser Bedingung würde ein Tropfen sofort deformiert und in kleinere Partikeln zerfallen, da keine effektive Oberflächenspannung wirksam ist. Dieser Grenzwert der Tropfenstabilität wird als *Rayleigh-Kriterium* bezeichnet [80].

Neben der Zerstäubung allein durch elektrostatische Kräfte wird auch in zahlreichen Arbeiten über den Einfluss elektrischer Felder bei konventionellen Zerstäubungstechniken wie z.B. der Hochrotationszerstäubung berichtet [79 - 83].

Dabei dokumentieren Bailey und Balachandran [79] anhand von photographischen Aufnahmen verschiedene Desintegrationsmodelle in Abhängigkeit der angelegten elektrischen Hochspannung. Hierbei konnte ebenfalls eine Beeinflussung der Partikelgrößenverteilung der zerstäubten Medien festgestellt werden. Bei Anlegen einer Hochspannung von 80 KV werden die $d_{50,3}$ -Werte um bis zu ca. 30 % abgesenkt [80, 81, 83]. Als Hauptursache für die Verminderung der Partikelgröße wird die Reduzierung der Zähigkeit des Flüssigkeitsstrahls durch die elektrostatische Aufladung angesehen.

rung der Tropfengröße ist die Verringerung der effektiven Oberflächenspannung des Fluids unter Hochspannungseinwirkung anzusehen.

In der nachfolgenden Untersuchung wird überprüft, ob und auf welche Art und Weise auch bei der USZ das Desintegrationsverhalten durch elektrostatische Aufladung des Fluids beeinflusst wird.

Aufbau der Versuchsanlage und Anmerkungen zur Durchführung der Experimente

Für die Zerstäubung der Fluide im Ultraschallfeld unter Hochspannung ist es von entscheidender Bedeutung, dass die Geräte für die Fluidzufuhr und die Schwingereinheiten auf dem gleichen elektrischen Potential liegen. Andernfalls würde es zu einem Stromfluss bzw. Kurzschluss kommen. Um während der Zerstäubung die resultierende Partikelgrößenverteilung mittels der Laserbeugung analysieren zu können, wird zusätzlich das gesamte Partikelmessgerät auf das gleiche Potential gelegt. Dies ist erforderlich, um Funkenüberschläge und eine ungewollte Beschichtung des Messgerätes zu vermeiden. Der Datentransfer zwischen Laserbeugungsgerät und Computer findet über ein Lichtwellenleiterkabel statt, so dass die Steuerung des Gerätes und die Auswertung der Partikelgrößenverteilung bei Erdpotential durchgeführt werden können.

In Abb. 4.51 ist die Versuchsanlage der USZ mit elektrostatischer Unterstützung schematisch dargestellt.

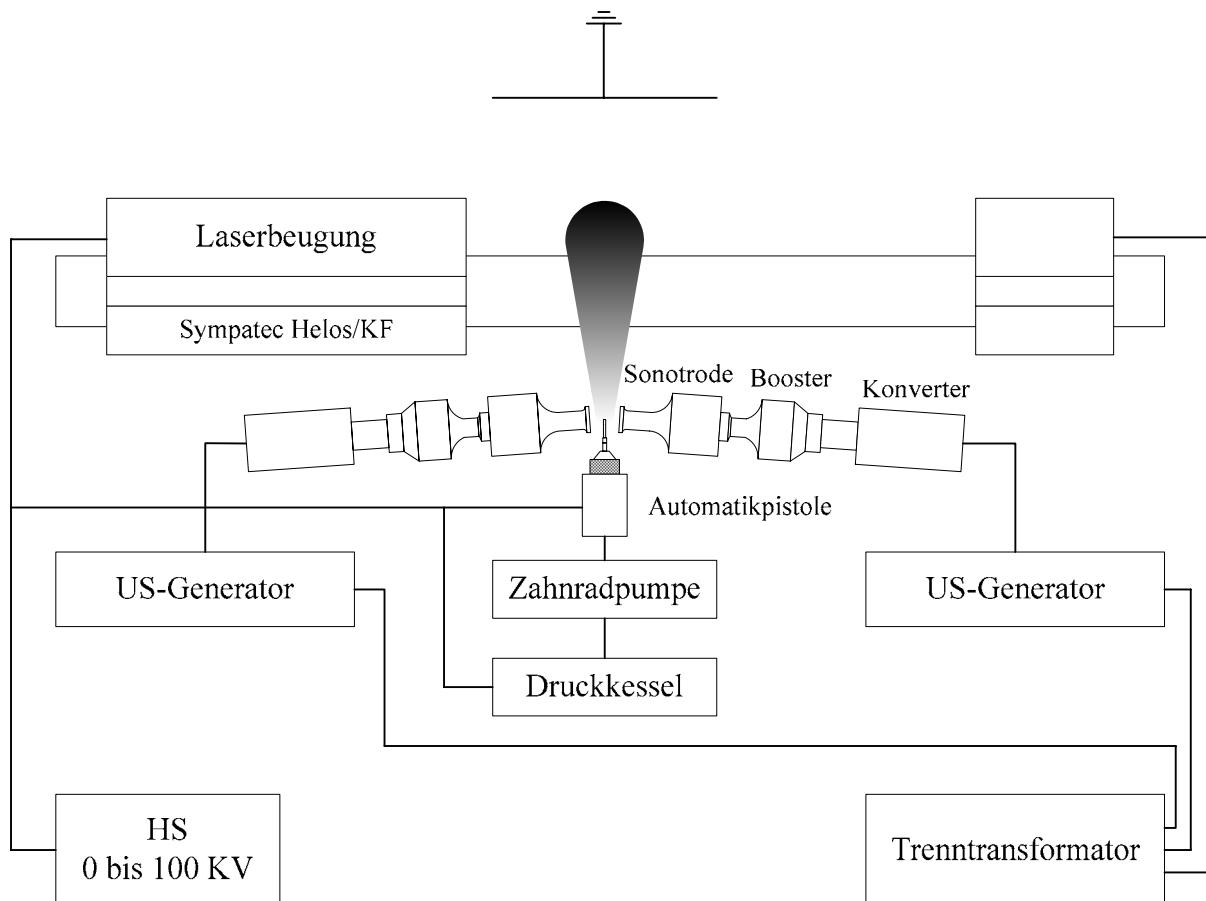


Abb. 4.51 Aufbau der USZ-Versuchsanlage mit elektrostatischer Unterstützung.

Damit die Zerstäubung unter Hochspannung durchgeführt werden kann, müssen sämtliche Geräte isoliert aufgestellt werden. Dabei ist zusätzlich dafür zu sorgen, dass die Durchschlagfestigkeit des Isoliermaterials ausreichend hoch ist. Die Stromversorgung der elektrischen Geräte erfolgt über einen speziell angefertigten Trenntransformator. Dieser sorgt für einen problemlosen Dauerbetrieb der Geräte mit einer Leistung von bis zu 3 KW unter einer Hochspannung von 80 KV. Bei einem solchen Versuchsaufbau wird auf die Computersteuerung und Messwerterfassung der Ultraschallgeneratoren verzichtet und die autarke Betriebsweise gewählt.

Die Verfahrensweise zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung im Ultraschallstehwellenfeld mit elektrostatischer Unterstützung des untersuchten Fluids entspricht dem in Kap. 4.1.3.1 bereits erwähnten Vorgehen. Da unter Hochspannung gearbeitet wird, sind einige zusätzliche Maßnahmen zu treffen. Neben der isolierten Aufstellung der Versuchsanlage ist für eine externe Steuerung der Zahnradpumpe, der Fluidzufuhr und des Laserbeugungsgerätes außerhalb des Messraums zu sorgen.

Der Steuercomputer für das Partikelmessgerät wird daher durch eine Sichtscheibe hindurch mit einer Funktastatur bedient und das Steuersignal für die Zahnradpumpe nach außen gelegt. Etwa 10 Minuten vor Beginn einer Messung werden auch die Ultraschallschwingereinheiten eingeschaltet. Anschließend wird die gewünschte Hochspannung an der Hochspannungskaskade eingestellt und die Messung gestartet.

Der Einfluss der Hochspannung auf die resultierende Partikelgrößenverteilung wird in Abhängigkeit verschiedener Stoff- und Verfahrensparameter für das in BDGA gelöste Epoxidharz EP304 untersucht. Dazu werden die Umgebungs- und Geräteparameter konstant gehalten. In Tabelle 4.8 sind die Viskositäten sowie Einstellungen der varierten Verfahrensparameter Massenstrom, Lenkluft und Hochspannung detailliert aufgelistet.

Tabelle 4.8 Versuchsmatrix¹ der USZ unter Hochspannung für EP304

Viskosität [mPa·s]	Lenkluft		Massenstrom [g/min]	Hochspannung [KV]
	[bar]	[NL/min]		
100	0,2	8	50	0
482	0,4	30	75	10
917	0,5	42	100	20
	0,6	56	125	30
	0,8	83	150	40
	1,0	113	175	50
	1,2	148	200	60
				70
				80

Die Dichte und Oberflächenspannung der Materialien werden hier nicht explizit erwähnt, da diese Parameter durch die Viskositätseinstellung festgelegt werden (s. Anhang 7.2). Die gewählten Standardeinstellungen sind grau hinterlegt. Für die Untersuchung wird jeweils ein Parameter variiert, während für die anderen Parameter die Standardeinstellung eingehalten wird.

Alle hier nicht aufgeführten Parameter entsprechen den Standardeinstellungen, die in Kap 4.1.3.1 ausführlich beschrieben sind.

¹ Gewählte und kombinierte Werte für die Variablen Viskosität, Lenkluft, Massenstrom und Hochspannung

Ergebnisse

Abb. 4.52 zeigt den Einfluss auf die Partikelgrößenverteilung für EP304 ($\eta = 482 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\dot{m} = 100 \text{ g/min}$) bei Variation der Hochspannung.

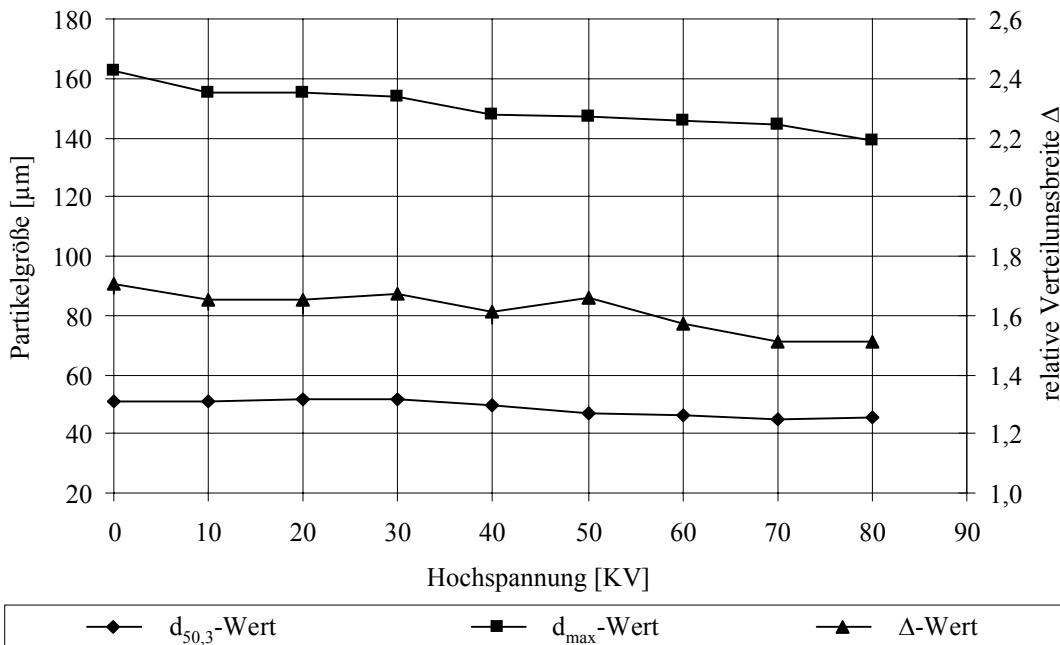


Abb. 4.52 Einfluss der angelegten Hochspannung auf die Partikelgrößenverteilung bei der USZ von EP304 ($\eta = 487 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, Massenstrom = 100 g/min, Schwingungsamplitude = 80 μm).

Bis zu einer Hochspannung zwischen 40 und 50 KV liegen die Änderungen der $d_{50,3}$ -, d_{\max} - und Δ -Werte im Bereich ihrer statistischen Standardabweichung. Bei weiterer Erhöhung der Hochspannung auf 80 KV ist eine zunehmende Beeinflussung auf die Partikelgrößenverteilung festzustellen. Es entstehen feinere Teilchen bei einer gleichzeitig engeren Verteilungsbreite.

Die Darstellung der nachfolgenden Messergebnisse beschränkt sich auf den direkten Vergleich zwischen $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werten mit 80 KV und ohne Hochspannung. Die Einflüsse des Massenstroms mit und ohne Hochspannung auf die verwendeten Kennwerte der Partikelgrößenverteilung sind in Abb. 4.53 und Abb. 4.54 für verschiedene Viskositäten dargestellt.

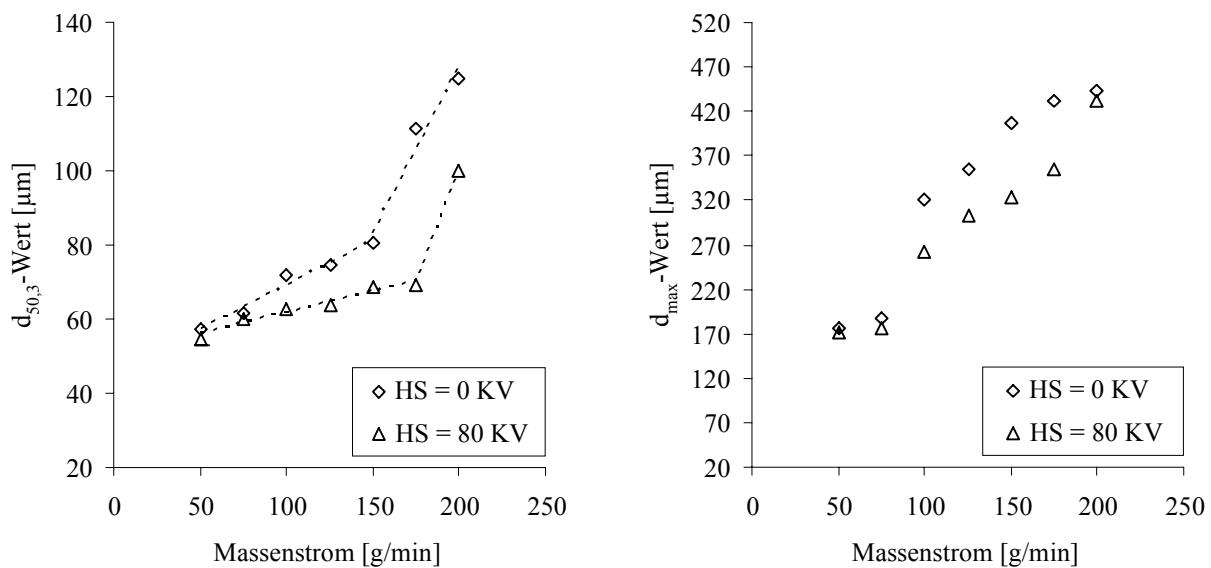


Abb. 4.53 Einfluss des Massenstroms auf den $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Wert bei der USZ von EP304 mit und ohne Hochspannung ($\eta = 487 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, Schwingungsamplitude = 80 μm).

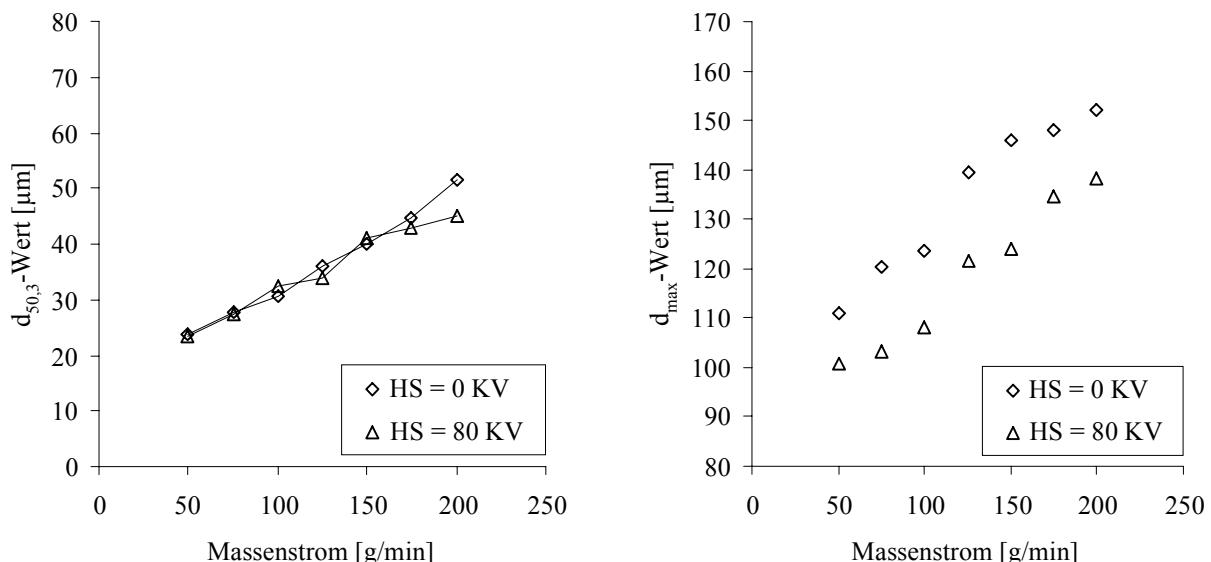


Abb. 4.54 Einfluss des Massenstroms auf den $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Wert bei der USZ von EP304 mit und ohne Hochspannung ($\eta = 100 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, Schwingungsamplitude = 80 μm).

Werden zunächst die gebildeten maximalen Tropfendurchmesser mit und ohne elektrostatischer Aufladung für die beiden Fluide unterschiedlicher Viskosität betrachtet, so ist zu erkennen, dass die d_{\max} -Werte unter Hochspannung stets geringer ausfallen. Der Grund hierfür liegt vor allem darin, dass durch die elektrostatische Aufladung eine geringere Sonotrodenverschmutzung zu verzeichnen ist.

Bezüglich der $d_{50,3}$ -Werte für die zestäubte Epoxidharzlösung EP304 mit einer Viskosität von 482 mPa·s ist sowohl mit als auch ohne Hochspannung ab einem gewissen Massenstrom, dem sog. kritischen Massenstrom, ein überproportional starker Anstieg der Medianwerte zu verzeichnen. Durch die elektrostatische Unterstützung der USZ wird auch der kritische Massenstrom beeinflusst und zu höheren Werten verschoben. Interessanterweise verläuft die Ausgleichsgerade für die Messwerte mit Hochspannung deutlich flacher. Das bedeutet, dass die Sensitivität der Partikelgrößenverteilung auf diesen Parameter abnimmt. Nur bei sehr geringen Massenströmen von ca. 50 g/min ist kein signifikanter Einfluss durch eine elektrostatische Aufladung zu erkennen.

Im Gegensatz dazu ergeben sich bei Polymerlösungen mit niedrigen Viskositäten zwischen den Medianwerten ohne und mit Anlage von Hochspannung selbst bei höheren Massenströmen keine nennenswerten Unterschiede (s. Abb. 4.54). Erst ab einem Massendurchsatz von 200 g/min sind stärker abweichende $d_{50,3}$ -Werte zu verzeichnen.

Aus diesen Ergebnissen folgt, dass eine elektrostatische Aufladung den Desintegrationsprozess besonders dann positiv beeinflusst, wenn höherviskose Materialien mit hohen Massendurchsätzen verarbeitet werden. Zur Verdeutlichung dieser Aussage sind in Abb. 4.55 die Messergebnisse der $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte in Abhängigkeit der Viskosität für verschiedene Massenströme mit und ohne Hochspannung dargestellt.

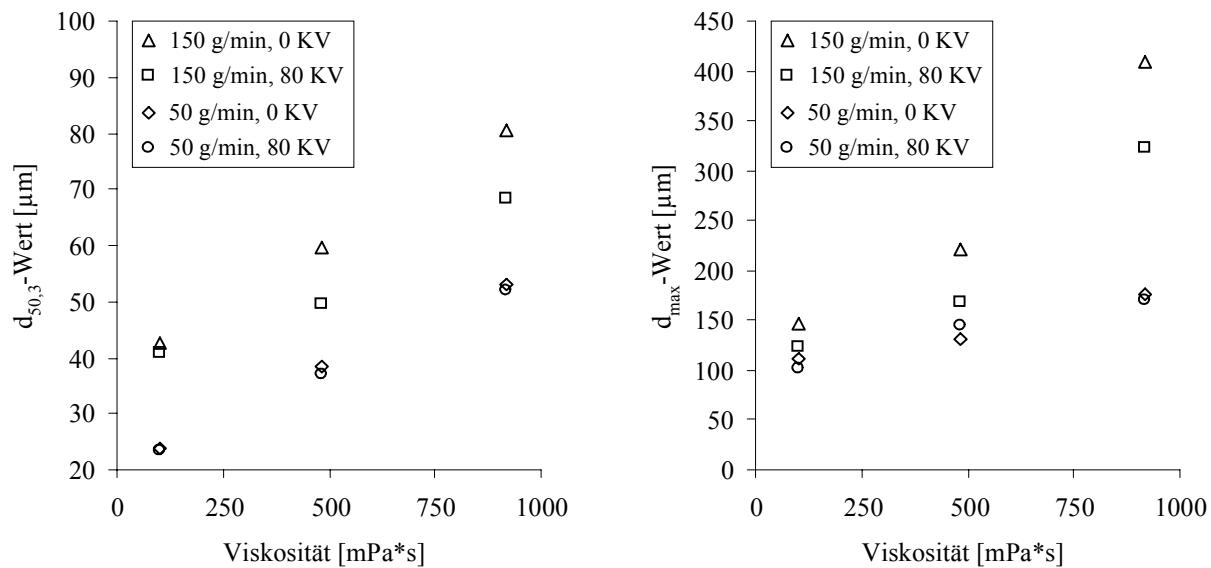


Abb. 4.55 Einfluss der Viskosität auf den $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Wert bei der USZ von EP304 mit und ohne Hochspannung (Schwingungsamplitude = 80 μm).

Zusätzlich sind in Tabelle 4.9 die prozentualen Änderungen der $d_{50,3}$ -Werte bei Anlegen einer Hochspannung von 80 KV aufgelistet. Es ist eine Abnahme des Medianwertes für das unter-

suchte System bei Viskositäten $> 100 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ und einem eingestellten Massenstrom von 150 g/min um bis zu 17 % festzustellen.

Tabelle 4.9 Änderung der $d_{50,3}$ -Werte bei einer elektrostatischen Aufladung mit einer Hochspannung von 80 KV.

Viskosität [mPa·s]	Massenstrom [g/min]	$d_{50,3}$ -Wert [μm]		$\Delta d_{50,3}$ -Wert [%]
		HS = 0 KV	HS = 80 KV	
100	50	23,82	23,53	-1,21
	100	30,61	30,80	0,63
	150	42,44	40,94	-3,53
487	50	38,26	36,90	-3,56
	100	49,31	45,49	-7,75
	150	59,54	49,46	-16,93
917	50	52,94	51,90	-1,97
	100	72,10	62,77	-12,94
	150	80,52	68,50	-14,94

Aus der Erkenntnis, dass eine elektrostatische Aufladung besonders bei hohen Viskositäten und/oder hohen Massendurchsätzen die Partikelgrößenverteilung zu feineren Teilchen verschiebt kann gefolgert werden, dass bei niedrigen Viskositäten aus der Lamelle bereits kleine Partikeln oder kurze Fäden herausgelöst werden, die danach nur geringfügig einem Sekundärzerfall unterliegen. Werden hingegen Materialien mit hohen Viskositäten und/oder hohen Massenströmen zerstäubt, so lösen sich aus der Lamelle überwiegend mehr oder weniger lange Fäden ab, die sich entweder aufgrund der Oberflächenspannung zu sphärischen Partikeln zusammenziehen oder sich durch einen Sekundärzerfall weiter aufteilen. Dabei gewinnt unter diesen Gegebenheiten die elektrostatische Aufladung an Bedeutung. Die gebildeten Fäden unterliegen einer elektrostatischen Destabilisierung, indem die Oberflächenspannung nicht mehr ausreicht, um die langen Fäden zu einem sphärischen Partikel zu formen. Vielmehr tritt dadurch ein Sekundärzerfall der Fäden ein, so dass sich die Partikelgrößenverteilung zu feineren Teilchen verschiebt (s. Modell Abb. 4.56).

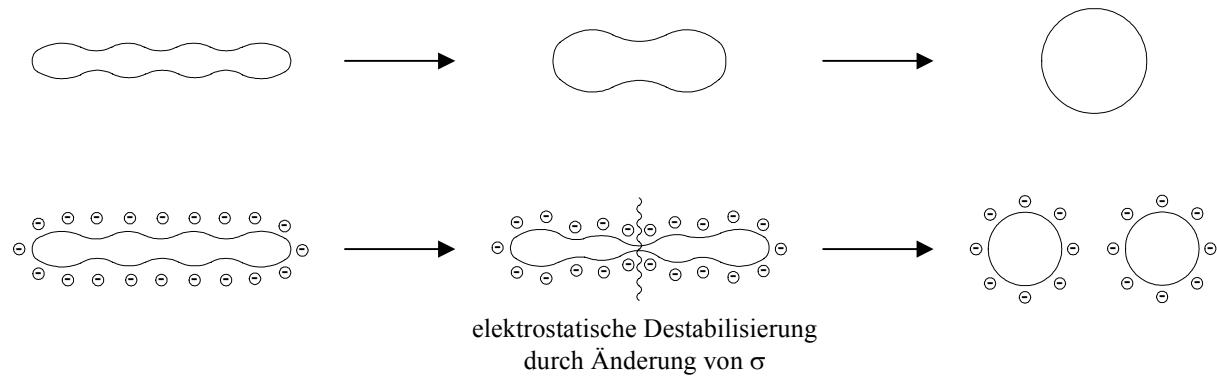


Abb. 4.56 Modell der Tropfenbildung aus Fäden (oben: ohne elektrostatische Aufladung, unten: mit elektrostatischer Aufladung).

Da eine Koaleszenz der Partikeln nach der Desintegration erschwert wird, spielen zusätzlich elektrostatische Abstoßungskräfte bzw. Stabilisierungseffekte zwischen den gebildeten Teilchen eine wichtige Rolle, d.h. bei hohen Massenströmen ist eine elektrostatische Aufladung äußerst effektiv, weil gerade dann die Konzentration der Teilchen im Spray sehr hoch ist und somit die Wahrscheinlichkeit einer Rekombination ansteigt.

Insgesamt gesehen kann durch o.g. Untersuchungen die Annahme gestützt werden, dass unter Hochspannung die damit verbundene Reduzierung der Oberflächenspannung zu einer feineren Zerstäubung führt. Eine ähnliche These wird in der Literatur [80, 81, 83] für die elektrostatisch unterstützte Hochrotation aufgestellt.

Allerdings gilt das bei der elektrostatisch unterstützten USZ nicht unbedingt für alle Zerstäubungsbereiche, da nur für Einstellungen, bei denen längere Fäden aus der Lamelle abgelöst werden, sich eine elektrostatische Aufladung in der Bildung feinerer Teilchen äußert.

Zur Überprüfung des Einflusses der Lenkluft auf die Partikelgrößenverteilung durch eine elektrostatische Aufladung sind in Abb. 4.57 die Medianwerte und maximalen Tropfendurchmesser in Abhängigkeit von diesem Parameter mit und ohne einer Hochspannung von 80 KV dargestellt.

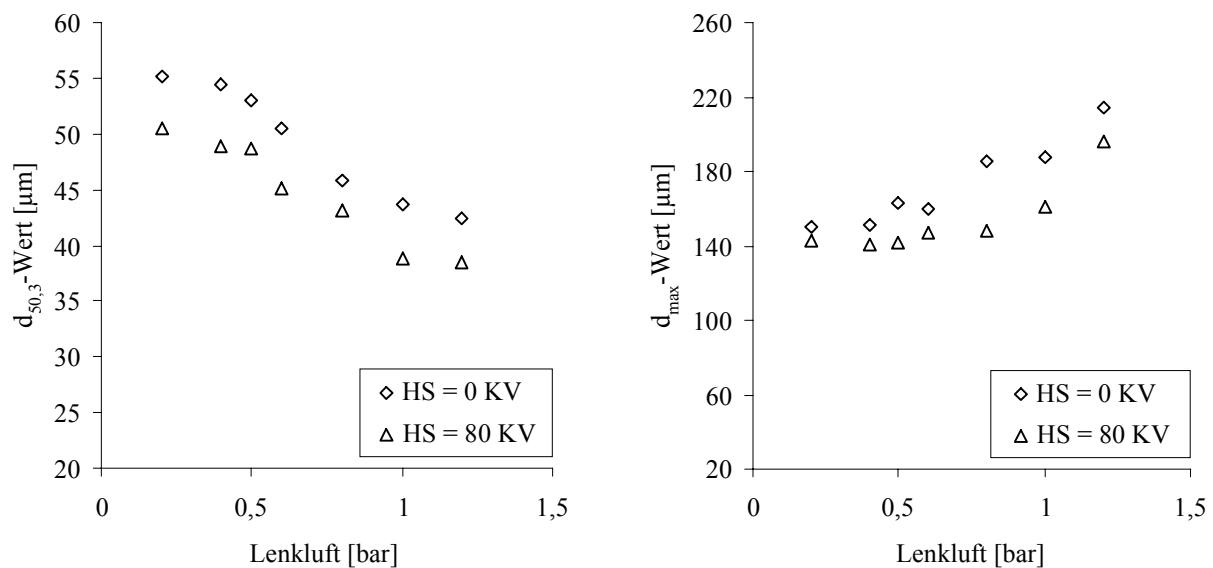


Abb. 4.57 Einfluss der Lenkluft auf den $d_{50,3}$ - und d_{max} -Wert bei der USZ von EP304 mit und ohne Hochspannung ($\eta = 487 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, Massenstrom= 100 g/min)

Es zeigt sich, dass über den gesamten Einstellungsbereich der Lenkluft die Beeinflussung der Partikelgrößenverteilung durch die Hochspannung erhalten bleibt. Die Gründe für die Abnahme der $d_{50,3}$ -Werte bei einem gleichzeitigen Anstieg der d_{max} -Werte mit steigendem Luftdruck der Lenkluft wurden bereits in Kap. 4.1.3.1 genauer erörtert.

Fazit:

Durch eine elektrostatisch unterstützte USZ kann die Sonotrodenverschmutzung, die bei einer Direktapplikation wegen der Bildung von Fehlpartikeln unbedingt vermieden werden muss, teilweise reduziert, jedoch nicht gänzlich beseitigt werden. Es sollte allerdings prinzipiell bei richtiger Auslegung der Lenk- bzw. Freihalteluft möglich sein, dieser Problematik entgegenzuwirken.

Eine elektrostatische Aufladung hat besonders dann Auswirkung auf den Desintegrationsprozess, wenn durch Einstellung hoher Massendurchsätze und/oder Verwendung höherviskoser Fluide, mehr oder weniger lange Primärfäden gebildet werden. Zur Deutung der Ergebnisse wird ein Modell aufgestellt. Einerseits wird von einem erleichterten Sekundärzerfall der Fäden aufgrund einer geringeren Oberflächenspannung ausgegangen und andererseits eine elektrostatische Stabilisierung der gebildeten Teilchen gegen eine Koaleszenz angenommen. Eine Variation der Lenkluftmenge und Geschwindigkeit beeinflusst dabei diesen Effekt nicht merklich.

4.1.4 USZ von Polymerschmelzen

Die Forderung nach umweltfreundlichen und möglichst VOC-freien Beschichtungssystemen führte u. a. zur Entwicklung von Pulverlacken. Um die ökonomischen und ökologischen Vorteile der Pulverlacke gegenüber den flüssigen Lacksystemen weiter zu stärken, muss das primäre Ziel in einer Optimierung der Verlaufseigenschaften bei gleichzeitiger Schichtdickenreduzierung liegen. Wie eingangs erwähnt, können Zerstäubungstechnologien als Ersatz für die heute übliche Mahltechnik zum Erreichen dieser Zielsetzung hilfreich sein. Vor allem durch den Einsatz schwer zu mahlender semikristalliner Rohstoffe könnte die Pulverlackiertechnik auf thermolabile Substrate, wie z. B. Holz und Kunststoffe, erweitert werden. Dazu werden in diesem Kapitel amorphe und semikristalline Rohstoffe auf die Zerstäubungsfeinheit hin überprüft.

4.1.4.1 Anlage und Methode

Da es sich bei den Rohstoffen zur Herstellung von Pulverlacken um Feststoffe handelt, muss ein spezieller Anlagenaufbau für die Behandlung solcher Materialien im Ultraschallstehwellenfeld gewählt werden. In Abb. 4.58 ist der Aufbau der USZ-Anlage zur Herstellung von Pulverlacken dargestellt.

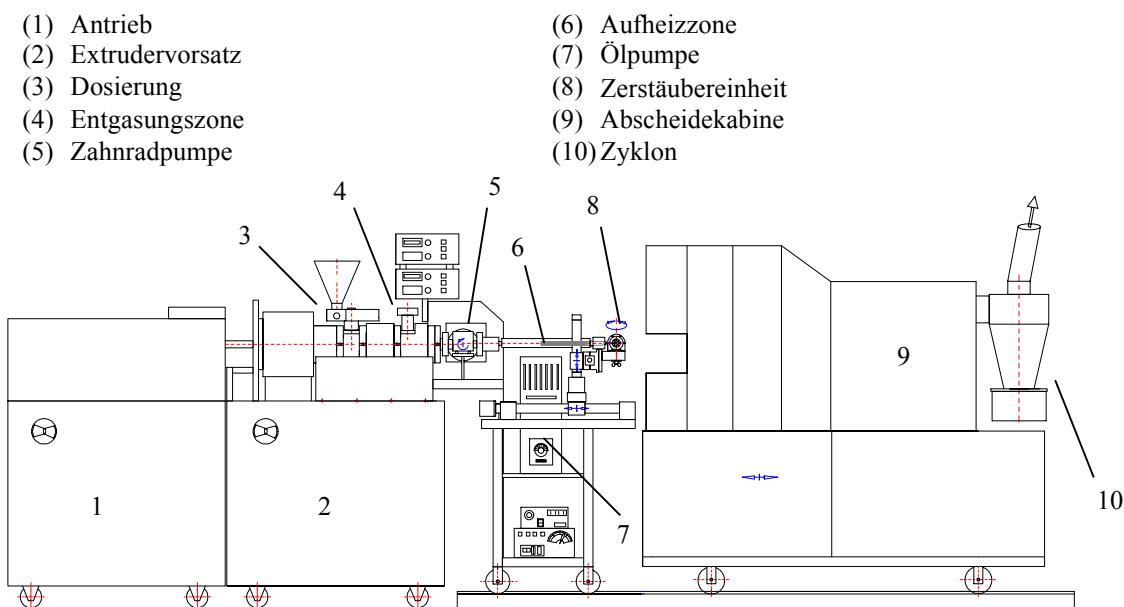


Abb. 4.58 Anlagenaufbau zur USZ von Polymerschmelzen

Allgemein kann die Anlage in die Gruppen Schmelzezuführung (1-7), Zerstäubereinheit (8) und Abscheideeinheit (9, 10) eingeteilt werden. Die Vormischung wird über die Dosiereinheit (3) dem Extruder (1,2) zugeführt, wo sie aufgeschmolzen und homogenisiert wird. Während der Extrusion wird die Polymerschmelze mittels Vakuumzone (4) entgast und an die Zahnrädpumpe (5) weitergeleitet. Diese sorgt für einen pulsationsfreien Schmelzestrom und führt diesen zur Aufheizzone (6), wobei die Beheizung der Aufheizzone über ein Ölbad (7) erfolgt. Über die Temperatur des Ölbades kann somit die für die Zerstäubung erwünschte Temperatur (Viskosität) geregelt werden.

Nach der Aufheizzone gelangt die Polymerschmelze über eine beheizte Auslaufdüse in das Schallfeld der Zerstäubereinheit (8). Dort wird die Schmelze in den mittleren Druckknoten (3- und 5-Knotenfeld) des resonanten Ultraschallstehwellenfeldes eingespeist und direkt in die Abscheidekabine (9) zerstäubt. Über eine Absaugung werden die feineren Pulverpartikeln in einem nachgeschalteten Zyklon bis zu einer Größe von etwa $2 \mu\text{m}$ abgeschieden [84]. Die größeren Pulverpartikeln hingegen setzen sich in der Kabine ab.

Nachdem sämtliche Parameter für die Temperaturlösung der verschiedenen Aufheizzonen sowie die Einstellungen des Extruders (u. a. Schneckendrehzahl) und Zahnrädpumpe für einen konstanten Massenstrom korrekt festgelegt sind, muss der optimale Sonotrodenabstand X_S bestimmt werden. Dies ist erforderlich, da sich je nach Material und Temperatureinstellung völlig unterschiedliche Resonanzabstände einzustellen sind. Besonders die Temperatur hat maßgeblichen Einfluss auf die Schallgeschwindigkeit der Luft im quasistationären Ultraschallstehwellenfeld. Dadurch ändern sich die Wellenlänge und somit auch der Resonanzabstand.

Die Bestimmung der Partikelgrößenverteilung der Pulverteilchen erfolgt wie bei den vorherigen Messungen mittels der Laserbeugung. Allerdings wird diesmal nicht das Online-Verfahren verwendet, da die Abmessung des Extruders und die relativ hohen Temperaturen dieses Verfahren erschweren. Daher werden mehrere Proben vom aufgefangenen Pulver vermessen. Um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, haben sich Zerstäubungszeiten zwischen 10 und 20 Minuten bewährt. Zur Aufbereitung der abgeschiedenen Pulverpartikeln werden diese mit etwa 0,1 % Al_2O_3 versetzt und anschließend durch Siebung vom Überkorn $>315 \mu\text{m}$ befreit. Zu bemerken ist eine Einschränkung der USZ-Anlage bezüglich des Massenstroms aufgrund der Leistungsbegrenzung der Zahnrädpumpe auf Einstellwerte zwischen 80 und 120 g/min.

Für die Desintegration der Polymerschmelzen im quasistationären Ultraschallstehwellenfeld werden zur Herstellung von Pulverlacken zwei in ihren physikalischen und chemischen Eigenschaften grundsätzlich verschiedene Harztypen verwendet. Als Basisharze werden das amorphe Epoxidharz DER662E der Fa. *Dow Chemical* sowie der semikristalline Polyester Crylcoat E36492 der Fa. *UCB Chemicals* eingesetzt. In Tabelle 4.10 ist die Versuchsmatrix der zerstäubten Rohstoffe dargestellt.

Tabelle 4.10 Versuchsmatrix¹ zur USZ der Polymerschmelzen

Rohstoff	Schmelzetemperatur [°C]	Amplitude [μm]	Resonanzabstand [Anzahl Knoten]	Massenstrom [g/min]
DER662E Crylcoat E36492	120	80	3 5	30
	160	90		40
	175	100		55
	190			80
	200			100

Da sich die Viskosität und Oberflächenspannung für den varierten Temperaturbereich mehr oder weniger stark ändern, werden diese Größen in der Tabelle nicht berücksichtigt. Die genaue Abhängigkeit dieser Daten von der Temperatur ist in Anhang 7.2 beigefügt.

Alle hier nicht aufgeführten Parameter entsprechen den Standardeinstellungen, die in Kap. 4.1.3.1 ausführlich beschrieben sind.

4.1.4.2 Ergebnisse

Die Partikelgrößenverteilungen der zerstäubten Schmelzen werden miteinander verglichen. Zur Beschreibung der Unterschiede zwischen Polymerschmelzen und Polymerlösungen, werden die Ergebnisse einander gegenübergestellt.

Desintegration von Polymerschmelzen

Für die Untersuchung der USZ von Polymerschmelzen in einem 3- und 5-Knotenfeld wird das Epoxidharz DER662E verwendet. Die Summen- und Dichteverteilungen der gemessenen Proben sind in Abb. 4.59 dargestellt. Wie erwartet, liegen insgesamt gesehen die Teilchen-

¹ Gewählte und kombinierte Werte für die Variablen Temperatur, Amplitude, Resonanzanstand und Massenstrom

durchmesser bei Einstellung eines 3-Knotenfeldes im Gegensatz zu einem 5-Knotenfeld niedriger. Jedoch sind für den Feinst- und Grobanteil die Unterschiede marginal.

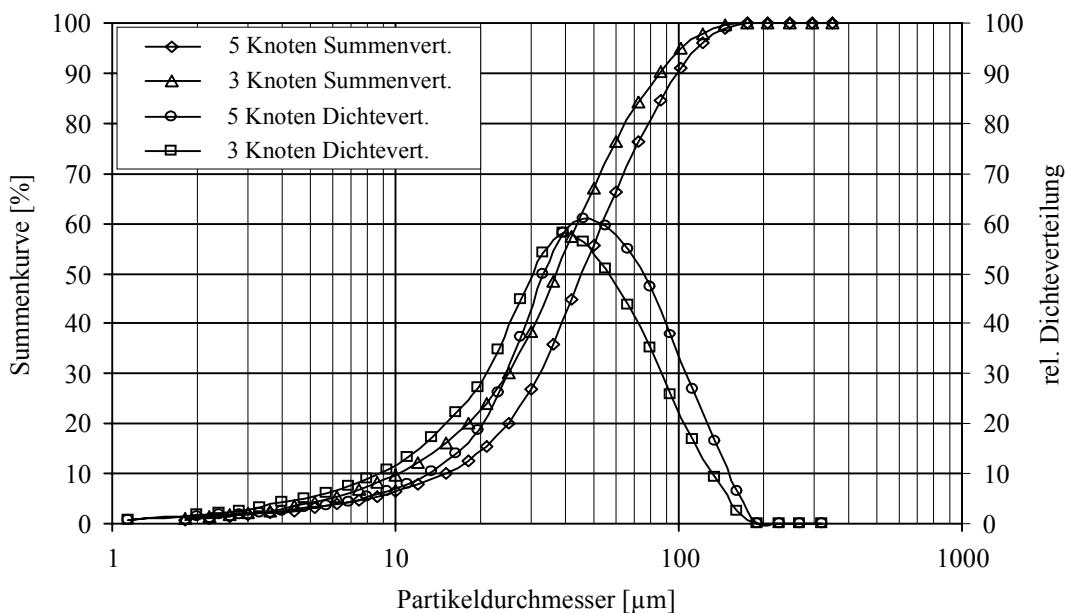


Abb. 4.59 Vergleich der Partikelgrößenverteilung von DER662E ($\eta = 560 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, Massenstrom = 55 g/min) in einem 3- und 5-Knotenfeld.

Für den $d_{50,3}$ -Wert im 3-Knotenfeld ergibt sich ein Teilchendurchmesser von 37,17 μm und im 5-Knotenfeld von 45,84 μm . Dies entspricht einer Erhöhung von etwa 23 % und liegt somit wie bei der Polymerlösungszerstäubung im Bereich der Änderung des Schallwechseldrucks, der sich dabei um ca. 28 % reduziert (vgl. Kap 4.1.3.1).

Einfluss der Schwingungsamplitude und des Massenstroms auf die USZ

Auch der Einfluss der Schwingungsamplitude auf die Zerstäubung von Polymerschmelzen wurde für die Einstellung eines 3- und 5-Knotenfeldes untersucht. In Abb. 4.60 sind für beide Einstellungen die $d_{50,3}$ -Werte für das Epoxidharz DER662E mit einem Massenstrom von 55 g/min und einer Temperatur von 200 °C graphisch dargestellt. Zusätzlich sind die Ausgleichsgeraden durch lineare Regression angegeben.

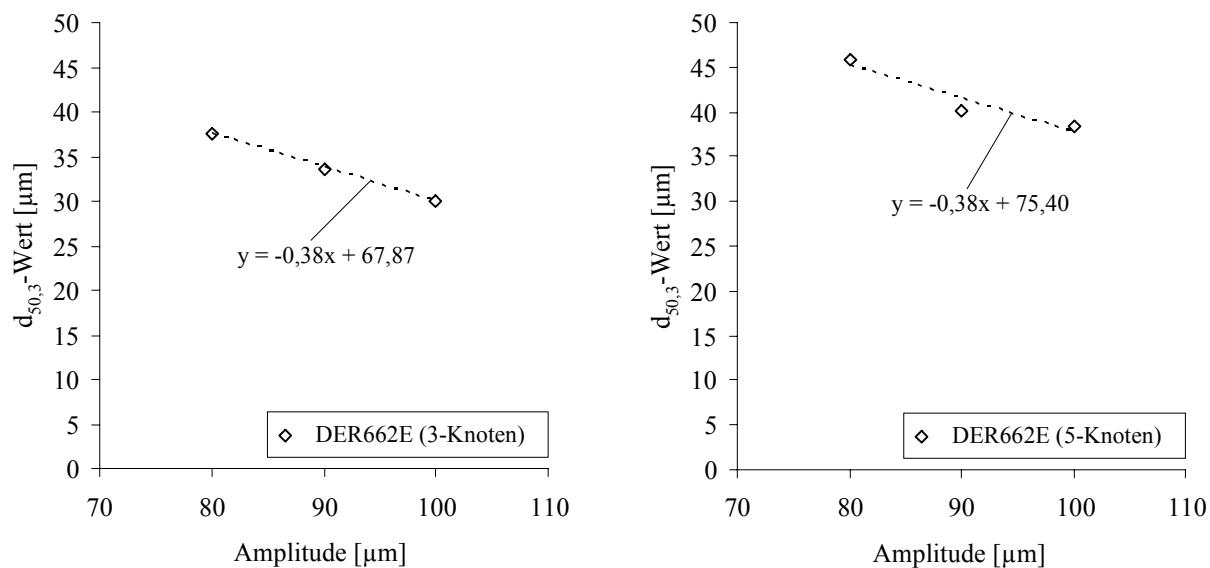


Abb. 4.60 Einfluss der Schwingungsamplitude auf den d_{50,3}-Wert bei der USZ von DER662E ($\eta = 560$ mPa·s, Massenstrom = 55 g/min)

Der Vergleich der Steigungen der Ausgleichsgeraden zeigt, dass mit Werten von -0,38 eine identische Abhängigkeit der d_{50,3}-Werte von der Schwingungsamplitude für ein 3- und 5-Knotenfeld festzustellen ist. Außerdem entspricht diese Abhängigkeit in etwa den desintegrierten Polymerlösungen im 5-Knotenfeld. Bei ihnen variieren die Werte je nach Viskosität und Massenstrom zwischen -0,22 und -0,48 (s. Kap. 4.1.3.1).

Zusätzlich wurde der Einfluss des Massenstroms auf die Partikelgrößenverteilung der zerstäubten Polymerschmelzen für ein 3- und 5-Knotenfeld untersucht. In Abb. 4.61 sind im linken Diagramm die Medianwerte von DER662E im 3-Knotenfeld (für zwei verschiedene Viskositäten) und im rechten Diagramm ebenfalls für DER662E sowie für das Crylcoat E36492 im 5-Knotenfeld dargestellt.

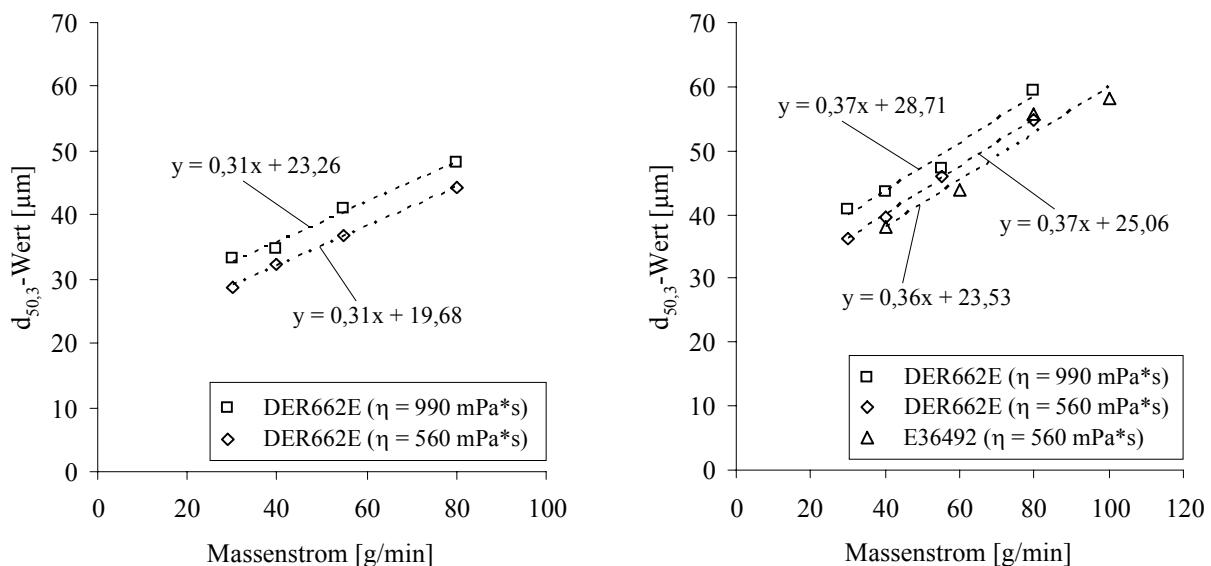


Abb. 4.61 Einfluss des Massenstroms auf den d_{50,3}-Wert bei der USZ der untersuchten Polymer schmelzen (links: 3-Knotenfeld, rechts: 5-Knotenfeld).

Wird zunächst nur die Abhängigkeit der Medianwerte vom Massenstrom für das Epoxidharz untersucht, so ist aufgrund vergleichbarer Steigungen der Ausgleichsgeraden, ein ähnliches Verhalten in einem 3- und 5-Knotenfeld zu erkennen. Die d_{50,3}-Werte liegen bei der Zerstäubung im 5-Knotenfeld jedoch entsprechend der Abnahme des Schallwechseldrucks höher. Die für DER662E und Crylcoat E36492 gemessenen Medianwerte liegen bei einer Viskosität von 560 mPa·s im 5-Knotenfeld so nahe beieinander, dass ein signifikanter Unterschied hinsichtlich des Desintegrationsverhaltens des amorphen Epoxidharzes und des semikristallinen Polyesters nicht zu erkennen ist.

Bei der Abhängigkeit der d_{50,3}-Werte vom Massenstrom liegen bezüglich der Zerstäubung der Polymerlösungen die Steigungen der Ausgleichsgeraden je nach Material und Einstellungsbedingungen zwischen 0,08 und 0,29, während die Werte mit 0,31 bis 0,37 für die Zerstäubung der Polymerschmelzen höher sind. Als Grund kann u. a. angeführt werden, dass die Abkühlung der Schmelze während der Zerstäubung im Ultraschallstehwellenfeld im Gegensatz zu Polymerlösungen bei Raumtemperatur vom Massenstrom abhängig ist.

Für eine vergleichende Diskussion des Zerstäubungsverhaltens von Polymerschmelzen und Polymerlösungen werden für die Lösungen nur die Daten des im BDGA gelösten Epoxidharzes EP304 herangezogen. Wegen der Lösemittelabgabe während der Zerstäubung ist der gelöste Filmbildner Alkydal F251 für diese Untersuchung nicht geeignet.

Im linken Diagramm der Abb. 4.62 sind die Medianwerte bei der Zerstäubung in einem 3-Knotenfeld in Abhängigkeit der Viskosität für EP304 und Crylcoat E36492 dargestellt. Offensichtlich zeigt das semikristalline Polymer ein vergleichbares Desintegrationsverhalten wie das gelöste Epoxidharz im untersuchten Viskositätsbereich.

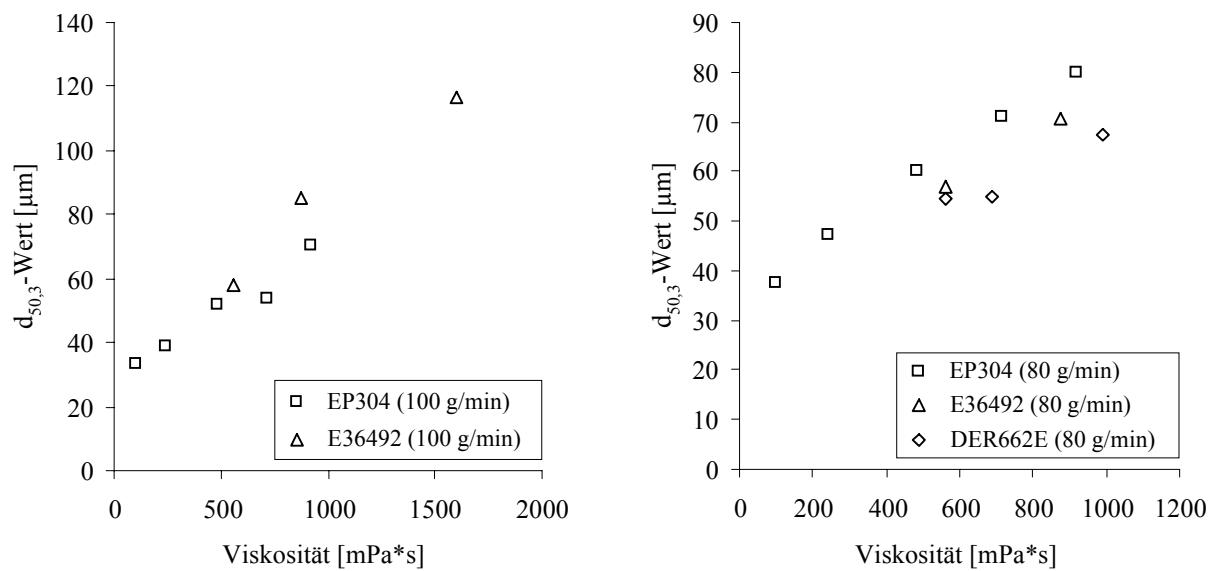


Abb. 4.62 Einfluss der Viskosität auf den $d_{50,3}$ -Wert bei der USZ der untersuchten Polymerschmelzen im Vergleich mit der Polymerlsg. von EP304 (links: 3-Knotenfeld, rechts: 5-Knotenfeld).

Auch im 5-Knotenfeld liegen die Medianwerte für das kristalline Polymer und das gelöste Epoxidharz EP304 recht nah beieinander. Lediglich die Werte der zerstäubten Epoxidharzsenschmelze DER662E liegen niedriger.

Fazit:

Auch bei der USZ von Polymerschmelzen gilt, dass die Änderung des Medianwertes beim Wechsel von einem 3- zu einem 5-Knotenfeld im Bereich der Änderung des Schallwechseldrucks liegt. Das amorphe Epoxidharz und der kristalline Polyester zeigen hinsichtlich der Medianwerte über weite Bereiche ein ähnliches Zerstäubungsverhalten.

Die Medianwerte der zerstäubten Polymerschmelzen und -lösungen liegen in einem vergleichbaren Bereich. Dementsprechend können die durch die Zerstäubung von Polymerlösungen gewonnenen Erkenntnisse durchaus auf die Polymerschmelzen übertragen werden. Allerdings ist hierbei zu bemerken, dass es sich sowohl bei den Polymerlösungen als auch bei den Polymerschmelzen mit Molmassen um etwa 2000-5000 g/mol nicht um hochmolekulare Polymere handelt. Daher können andere höhermolekulare Materialien sowie pigmentierte

Systeme aufgrund eines veränderten rheologischen Verhaltens zu mehr oder weniger starken Abweichungen führen.

Eine industrierelevante Einsatzmöglichkeit für die USZ könnte zukünftig in der Herstellung kristalliner und semikristalliner Pulverlacke bestehen. Diese Materialien sind nicht ohne weiteres durch Mahlen zu zerkleinern und wenn, dann nur mit äußerst aufwendiger und teurer Kühlung. Während des Zerkleinerungsprozesses wird sehr viel Energie in Wärme umgewandelt. Dadurch werden Materialien mit niedrigen Glasübergangs- und Schmelztemperaturen zunächst weich und verkleben anschließend in den Mühlen. Somit bietet die USZ prinzipiell die Möglichkeit, Pulverlacke auf Basis niedrigschmelzender, verlauffördernder Materialien, u. a. kristalline Rohstoffe, herzustellen.

4.2 Alternative Zerstäubungstechnologien

In diesem Kapitel wird die USZ mit den in Kapitel 3.2 beschriebenen konventionellen Zerstäubungstechniken (pneumatische, hydraulische Zerstäubung sowie Hochrotationszerstäubung) verglichen. Verwendet werden dazu die für die USZ eingesetzten Polymerlösungen. Ziel der Untersuchung ist es, durch Analyse der einzelnen Partikelgrößenverteilungen herauszufinden, durch welche Zerstäubungstechnik hochviskose Materialien am effektivsten desintegrieren werden. Der Hintergrund dabei ist, diese konventionellen Zerstäuber als mögliche Alternative zur Zerstäubung von Polymerschmelzen, insbesondere zur Herstellung von Pulverlacken, einzusetzen.

4.2.1 Vergleich zwischen pneumatischer Zerstäubung und USZ

4.2.1.1 Anlage und Methode

Als Zerstäuber wird die Automatisprählpistole *AGG 510* der Fa. *DeVilbiss* mit der Standardluftkappe No. 797 und einer 1,4 mm Düse verwendet. Die Regelung für die Zerstäuber- und Hornluftmenge erfolgt über eine separate Druckluftversorgung. Der Aufbau der Versuchsanlage zur Untersuchung der pneumatischen Zerstäubung ist in Abb. 4.63 dargestellt.

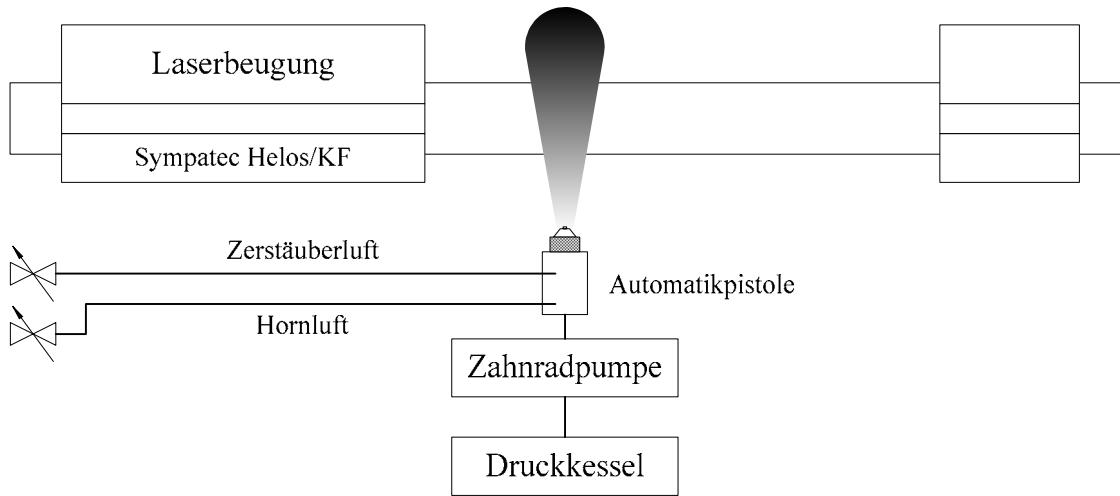


Abb. 4.63 Versuchsaufbau zur pneumatischen Zerstäubung.

Die Fluidzufuhr und die Einstellung eines konstanten Massenstroms erfolgt über eine Zahnradpumpe.

Das Laserbeugungsgerät und die Automatikpistole werden derart ausgerichtet, dass der Laserstrahl orthogonal auf der Mitte des durch die Hornluft abgeflachten Sprays ausgerichtet ist. Der Abstand zwischen Düse und Messfeld wird auf 200 mm eingestellt. Das entspricht in etwa einem gebräuchlichen Lackierabstand. Dabei ist darauf zu achten, dass während der Messung sich alle zerstäubten Partikeln innerhalb des maximalen Detektionsbereichs von ca. 478 mm zwischen Laser und Linse befinden. Die Dauer einer Messung beträgt 5 Sekunden. Während dieser Zeit werden 20 Messwerte ausgegeben, die sich ihrerseits wieder jeweils aus 500 geräteinternen Messungen gemittelt werden.

Für die vergleichenden Untersuchungen kommen das in BDGA gelöste Epoxidharz EP304 und das in Xylol gelöste Alkydharz Alkydal F251 zum Einsatz. In Tabelle 4.11 sind die eingestellten Viskositäten und Massenströme aufgelistet. Außerdem gibt die Tabelle Auskunft über die Luftdrücke für die Zerstäuber- und Hornluft.

Tabelle 4.11 Versuchsmatrix¹ für die Vergleichsuntersuchung zwischen USZ und pneumatischer Zerstäubung.

Fluid 1		Fluid 2		Massenstrom [g/min]	$p_{\text{Zerstäuberluft}}$ [bar]	p_{Hornluft} [bar]
Bezeichnung	Viskosität [mPa·s]	Bezeichnung	Viskosität [mPa·s]			
Beckopox EP304	100	Alkydal F251	104	80	4	1,5
	243		198	100		
	482		274	125		
	715		378	150		
	917		523	175		
	1849		723	200		
			999	250		
			1380	300		
			1908	350		
				400		

4.2.1.2 Ergebnisse – USZ und pneumatische Zerstäubung im Vergleich

Für die Vergleichsuntersuchungen zwischen der USZ und der pneumatischen Zerstäubung werden die Ergebnisse der Partikelgrößenverteilung für die USZ von EP304 in einem 3- und 5-Knotenfeld zugrunde gelegt. Für das Alkydharz hingegen werden nur die Ergebnisse für die Desintegration in einem 5-Knotenfeld berücksichtigt.

¹ Gewählte und kombinierte Werte für die Variablen Viskosität, Massenstrom, Zerstäuber- und Hornluft

In Abb. 4.64 sind die $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte in Abhängigkeit des Massenstroms für verschiedene Viskositäten von Alkydal F251 dargestellt.

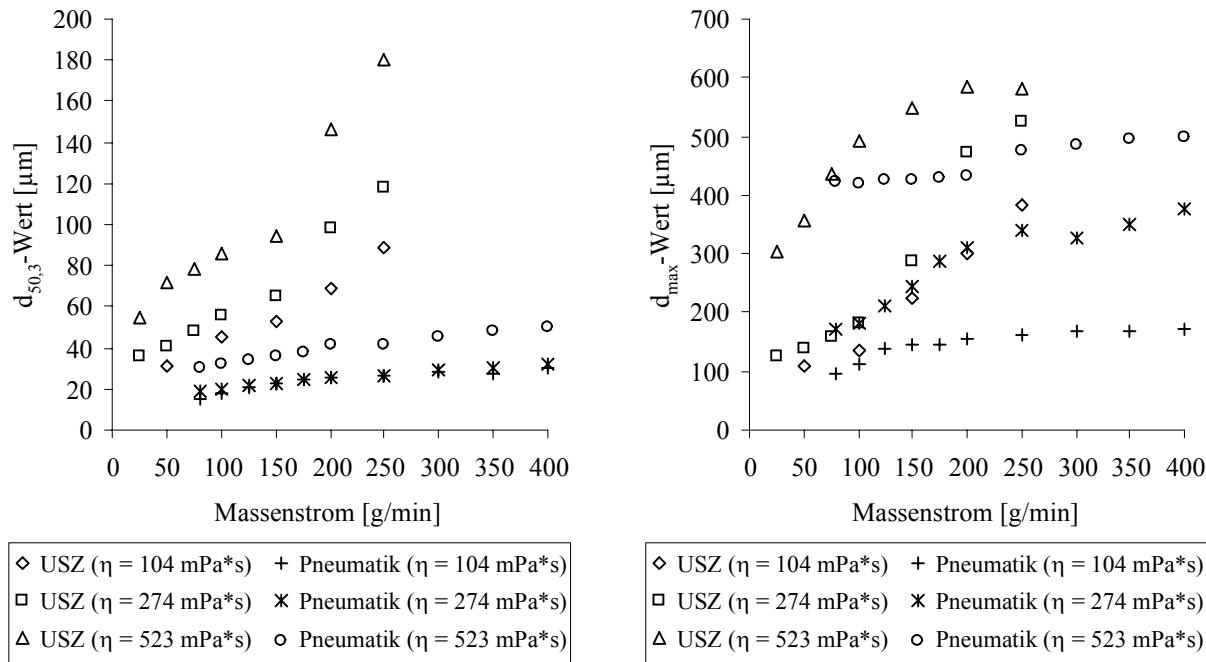


Abb. 4.64 Abhängigkeit des $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Wertes vom Massenstrom für verschiedene Viskositäten von Alkydal F251 bei der pneumatischen Zerstäubung und USZ (5-Knotenfeld, Schwingungsamplitude = 80 μm).

Die Medianwerte bei der pneumatischen Zerstäubung liegen selbst bei Viskositäten von etwa 500 mPa·s niedriger als bei der USZ bei Viskositäten um etwa 100 mPa·s.

Für das Epoxidharz EP304 ergibt sich ein vergleichbares Ergebnis, nur dass hier die Medianwerte für die pneumatische Zerstäubung sogar bei Viskositäten von ca. 1000 mPa·s noch immer niedriger liegen als bei der USZ mit Viskositäten von ca. 100 mPa·s (s. Abb. 4.65 und Abb. 4.66).

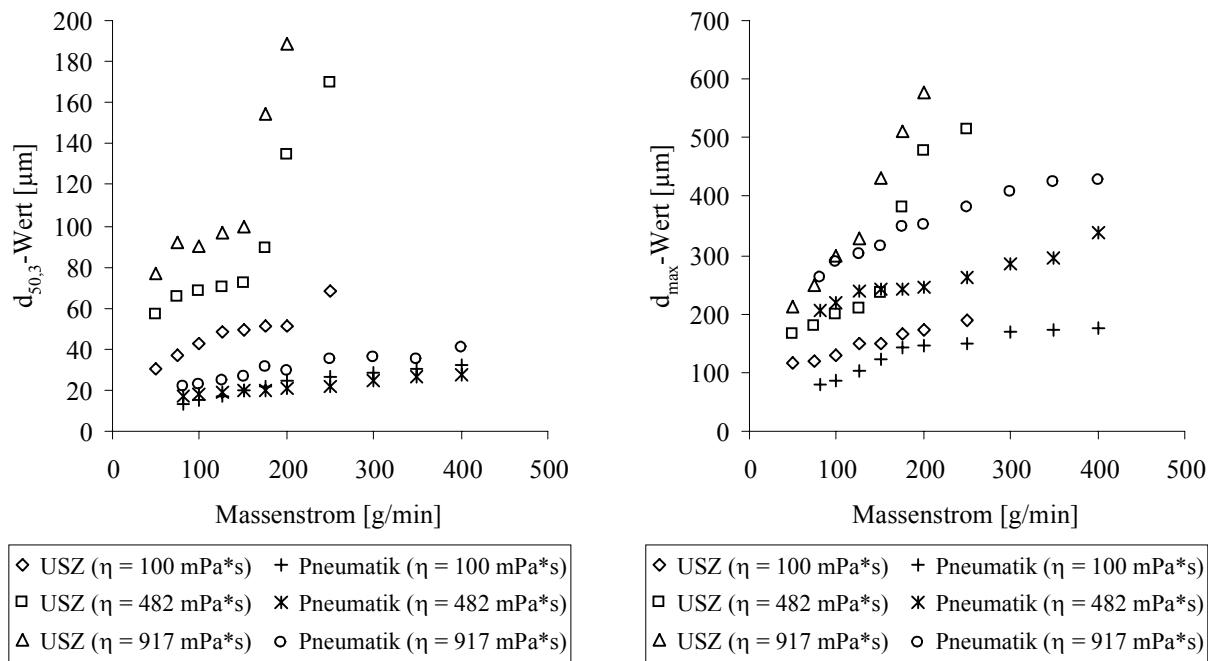


Abb. 4.65 Abhängigkeit des $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Wertes vom Massenstrom für verschiedene Viskositäten von EP304 bei der pneumatischen Zerstäubung und USZ (5-Knotenfeld, Schwingungsamplitude = 80 μm).

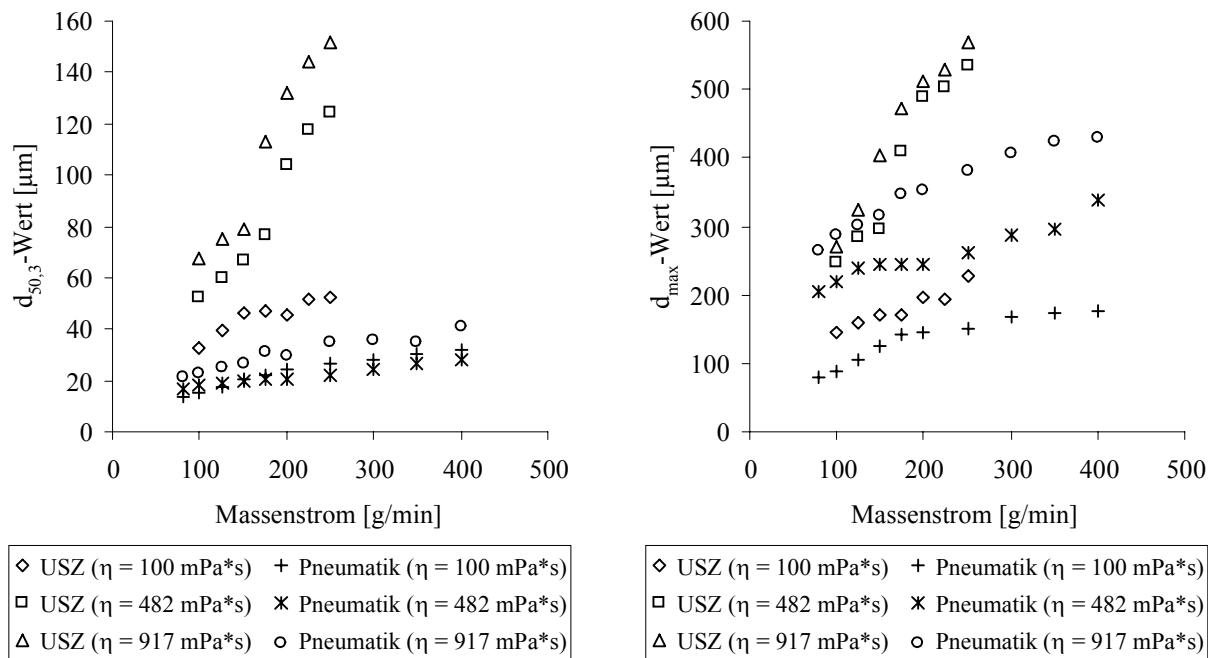


Abb. 4.66 Abhängigkeit des $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Wertes vom Massenstrom für verschiedene Viskositäten von EP304 bei der pneumatischen Zerstäubung und USZ (3-Knotenfeld, Schwingungsamplitude = 120 μm).

Ein zusätzlicher Vergleich der Änderung der Messwerte in Abhängigkeit des Massenstroms lässt erkennen, dass die pneumatische Zerstäubung deutlich weniger sensitiv auf eine Steigerung des Massendurchsatzes bezüglich der Medianwerte reagiert als die USZ.

Unter diesem Aspekt kann die pneumatische Zerstäubung gegenüber der USZ für die Desintegration der gewählten Materialien als „effektiver“ betrachtet werden. Allerdings müssen für einen umfassenden Vergleich selbstverständlich weitere Einflüsse wie beispielsweise Energieverbrauch mitberücksichtigt werden. Darauf wird in dieser Arbeit aber nicht näher eingegangen.

Die maximalen Tropfendurchmesser für die pneumatische Zerstäubung und die USZ im 5-Knotenfeld liegen bei vergleichbaren Viskositäten und niedrigen Massenströmen zwischen 100 und 150 g/min relativ nahe beieinander (vgl. Abb. 4.64 und Abb. 4.65). Erst bei höheren Massenströmen zeichnen sich Vorteile für die pneumatische Zerstäubung ab. Bei einem Vergleich in einem 3-Knotenfeld sind die Ergebnisse etwas anders. Hier liegen die maximalen Tropfendurchmesser für die pneumatische Zerstäubung über den gesamten Messbereich niedriger.

Im linken Diagramm der Abb. 4.67 sind die $d_{50,3}$ -Werte der zu vergleichenden Zerstäubungstechniken in Abhängigkeit der Viskosität für Alkydal F251 dargestellt. Die Werte der pneumatischen Zerstäubung liegen selbst bei hohen Massenströmen von 400 g/min niedriger als die der USZ im 5-Knotenfeld mit 100 g/min.

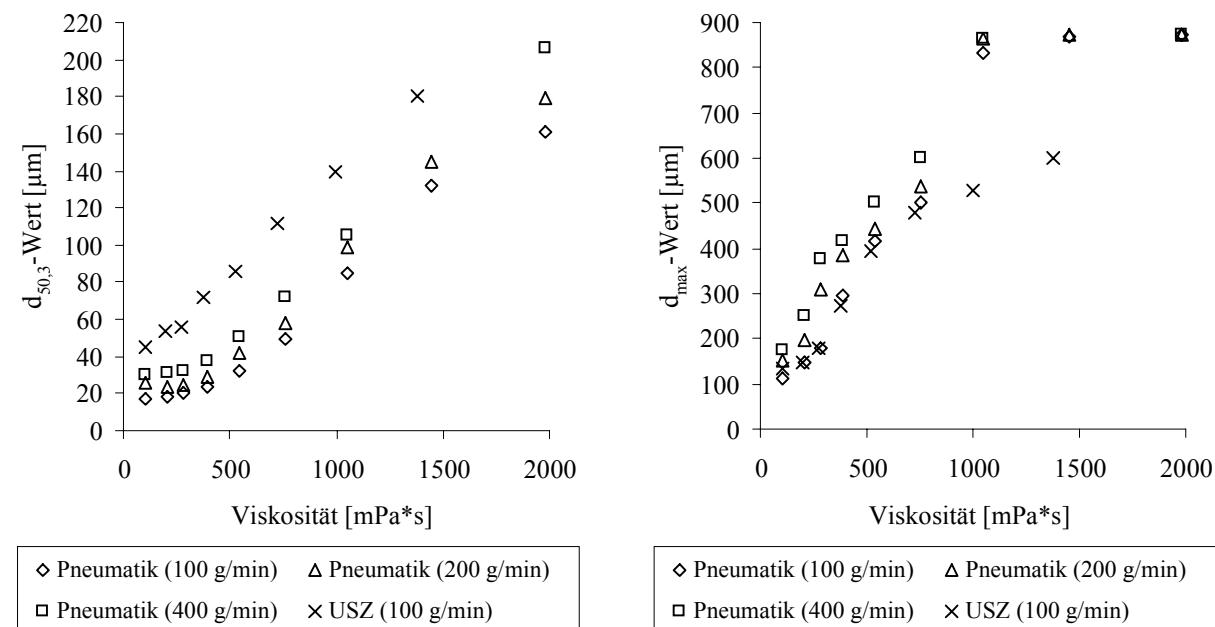


Abb. 4.67 Abhängigkeit des $d_{50,3}$ - und d_{max} -Wertes von der Viskosität bei der pneumatischen Zerstäubung und USZ (5-Knotenfeld, 80 µm) von Alkydal F251.

Ein Vergleich Ergebnisse untereinander zeigt, dass sich die Medianwerte interessanter Weise im Viskositätsbereich zwischen 100 und 400 mPa·s kaum unterscheiden. Erst nach Überschreiten dieses Bereichs entspricht die Zunahme der $d_{50,3}$ -Werte denen der USZ, jedoch mit niedrigeren Werten.

Für das Epoxidharz EP304 gelten wie in Abb. 4.68 zusammengefasst prinzipiell ähnliche Aussagen. Zusätzlich sind in dem Diagramm die Ergebnisse der USZ in einem 3-Knotenfeld mit einer Schwingungsamplitude von 120 µm dargestellt. Es ist zu erkennen, dass selbst bei den relativ hohen Schallfeldenergien die USZ-Medianwerte bei Massendurchsätzen von 100 g/min gerade die Medianwerte der pneumatischen Zerstäubung mit einem Massenstrom von 400 g/min erreichen.

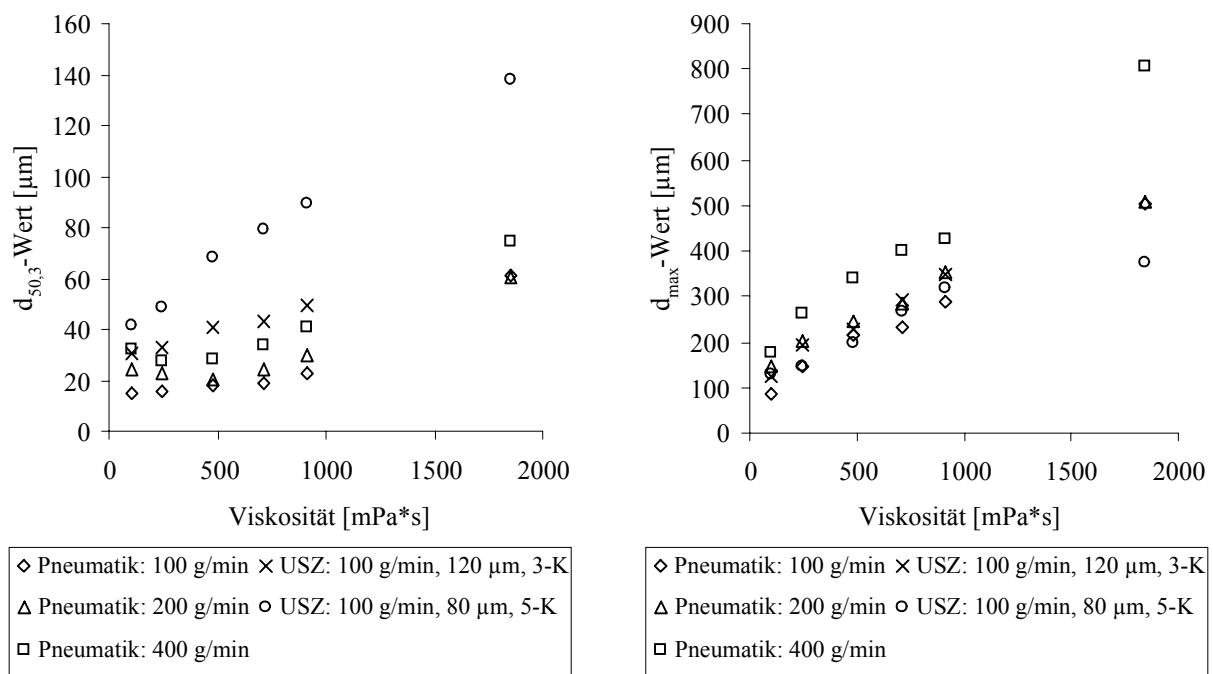


Abb. 4.68 Abhängigkeit des $d_{50,3}$ - und d_{max} -Wertes von der Viskosität bei der pneumatischen Zerstäubung und USZ (5-Knotenfeld, 80 µm und 3-Knotenfeld, 120 µm) von EP304.

Die maximalen Tropfendurchmesser beider Zerstäubungstechniken sind für den untersuchten Bereich vergleichbar. Auffällig ist die starke Zunahme bei Viskositätserhöhungen.

In Tabelle 4.12 sind nochmals zahlreiche Kennwerte der pneumatischen Zerstäubung und der USZ für EP304 zusammengestellt. Neben den bereits diskutierten Medianwerten und maximalen Tropfendurchmessern sind dort auch die Kennwerte für die relative Verteilungsbreite Δ

und der Streuparameter n sowie der Lageparameter d' der angepassten *RRSB*-Verteilung aufgeführt.

Tabelle 4.12 Vergleich verschiedener charakteristischer Kennwerte der PGV bei der pneumatischen Zerstäubung und USZ von EP304 (Massenstrom = 100 g/min).

Zerstäuber	Viskosität [mPa·s]	$d_{50,3}$ -Wert [μm]	d' -Wert [μm]	d_{\max} -Wert [μm]	Δ -Wert	n -Wert
Pneumatik	100	15,09	20,40	87,07	2,54	1,12
	482	18,27	28,46	217,38	4,11	0,93
	917	22,99	32,98	288,01	3,17	1,01
USZ (3-Knoten, 120 μm)	100	30,92	39,92	125,35	2,10	1,34
	482	41,12	61,61	228,00	2,35	1,11
	917	49,61	63,89	350,32	2,11	1,29
USZ (5-Knoten, 80 μm)	100	41,20	51,93	130,55	1,67	1,54
	482	68,21	81,86	199,27	1,55	1,65
	917	89,72	108,77	320,00	1,55	1,72

Für die pneumatische Zerstäubung ergeben sich im Gegensatz zur USZ aufgrund der hohen Δ -Werte bzw. niedrigen n -Werte relativ breite Partikelgrößenverteilungen. Neben den niedrigen Medianwerten werden aber auch recht große Partikeln gebildet.

Fazit:

Die Änderungen der $d_{50,3}$ -Werte in Abhängigkeit der Viskosität sind für beide Zerstäubungs-techniken vergleichbar, bei der pneumatischen Zerstäubung liegen diese jedoch wesentlich niedriger. Die maximalen Tropfendurchmesser liegen bei beiden Verfahren für relativ niedrige Massenströme über den gesamten Viskositätsbereich recht nahe beieinander.

Insgesamt betrachtet kann die pneumatische Zerstäubung bezüglich der untersuchten Materi-alien als „effektiver“ bezeichnet werden, ohne jedoch energetische Aspekte mit zu berücksich-tigen. Erwartungsgemäß erzeugt die pneumatische Zerstäubung gegenüber der USZ relativ breite Partikelgrößenverteilungen.

4.2.2 Vergleich zwischen hydraulischer Zerstäubung und USZ

4.2.2.1 Anlage und Methode

Zur Erzeugung eines Flachstrahls wird als Zerstäuber eine Sprühpistole der Fa. *Graco* mit verschiedenen Schlitzdüsen verwendet. Durch eine Aufweitung des Sprühkegels wird zunächst eine Lamelle gebildet, die bei zunehmender Ausbreitung dünner wird und anschließend zerfällt. Eingesetzt werden eine Standard- und eine Feinsprühdüse mit verschiedenen Durchmessern. Im Unterschied zur Standardsprühdüse besitzt die Feinsprühdüse zusätzlich einen Vorzerstäuber. Zur Erzeugung des notwendigen Drucks wird die Kolbenpumpe vom Typ *Xtreme King* der Fa. *Graco* mit einem Verdichtungsverhältnis von 56:1 gewählt. Dadurch sind Materialdrücke bis zu 350 bar bei einem Vordruck von ca. 6,5 bar zu realisieren. Der Aufbau der Versuchsanlage entspricht weitestgehend der pneumatischen Zerstäubung (vgl. Abb. 4.63).

Das Laserbeugungsgerät zur Messung der Partikelgrößen und die Spritze werden derart ausgerichtet, dass der Laserstrahl senkrecht auf der Mitte des flachen Strahls steht. Dabei werden die entstehenden Tropfen in einem Abstand von 200 mm vom Düsenausgang zum Messfeld detektiert. Bei der Zerstäubung werden variable Drücke p_{Material} im Bereich zwischen 200 und 300 bar vorgegeben, wobei der sich einstellende Massenstrom jeweils bestimmt wird. Eine Messung dauert drei Sekunden. Während dieser Zeit werden 20 Messwerte ausgegeben, die ihrerseits jeweils aus 300 geräteinternen Messungen gemittelt wurden. Schwierig gestaltet sich die genaue Einstellung des Drucks. Während einer Messung muss der Umschlagspunkt der doppelseitig fördernden Kolbenpumpe unbedingt vermieden werden, da sonst Fehlmesungen durch nichtreproduzierbare Druckeinstellungen nicht auszuschließen sind. Ebenfalls ist die Förderrichtung der Kolbenpumpe konstant zu halten. Andernfalls können sich Abweichungen von ca. $\pm 10\%$ vom Sollwert ergeben.

Beim Versprühen von Materialien mit höheren Viskositäten ($> 500 \text{ mPa s}$) und einem Druck von etwa 200 bar, zeigte sich zeitweise eine Aufspaltung des flachen Sprühkegels in zwei Teilstrahlen in Richtung der Brennpunkte der resultierenden Ellipse. Zwischen diesen Teilstrahlen lieferte der Zerstäubungsprozess feine Tropfen.

Durch die bereits beschriebene Messanordnung werden lediglich diese Tropfen vermessen. Messergebnisse, die auf solche Art entstehen, werden verworfen und nicht weiter interpretiert.

Für die Vergleichsuntersuchungen mit der hydraulischen Zerstäubung werden die Polymerlösungen EP304 und Alkydal F251 mit unterschiedlichen Viskositäten verwendet. In Tabelle 4.13 sind die untersuchten Materialien mit den entsprechenden Viskositäten sowie die Verfahrensparameter des Zerstäubers aufgeführt. Letztere werden durch die Düse und den Materialdruck festgelegt.

Tabelle 4.13 Versuchsmatrix¹ für die Vergleichsuntersuchung zwischen USZ und hydraulischer Zerstäubung.

Fluid 1		Fluid 2		Düse	p_{Material} [bar]
Bezeichnung	Viskosität [mPa·s]	Bezeichnung	Viskosität [mPa·s]		
Beckopox EP304	100	Alkydal F251	104	Standarddüse 407 ($\varnothing = 0,23 \text{ mm}$, $\varphi = 40^\circ$)	200
	243		274		250
	482		523		300
	917		999		
			1380	Feinsprühdüse 408 ($\varnothing = 0,20 \text{ mm}$, $\varphi = 40^\circ$)	

Daher erlaubt diese Zerstäubungsmethode keine vom Materialdruck unabhängige Einstellung des Massenstroms. Zusätzlich zum Düsendurchmesser wird noch der die Aufweitung der Sprühwolke bestimmende Sprühwinkel der Düse berücksichtigt.

Zur Auswertung kommen nur die ermittelten Abhängigkeiten der Zerstäubungsgüte von der Viskosität der Materialien. Im Anhang 7.1.7 sind die jeweiligen Massenströme für die Düsen in Abhängigkeit des Materialdrucks dargestellt.

4.2.2.2 Ergebnisse – Vergleich USZ mit hydraulischer Zerstäubung

Bei der vorliegenden Vergleichsuntersuchung zwischen der USZ und der hydraulischen Zerstäubung (Airless-Zerstäubung) werden dieselben USZ-Resultate wie bei der im vorherigen Kapitel bereits diskutierten Vergleichsuntersuchung mit der pneumatischen Zerstäubung verwendet. In Abb. 4.69 und Abb. 4.70 sind die $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte in Abhängigkeit der Viskosität von Alkydal F251 für die beiden Zerstäubungstechniken dargestellt.

¹ Gewählte und kombinierte Werte für die Variablen Viskosität, Düse und Materialdruck

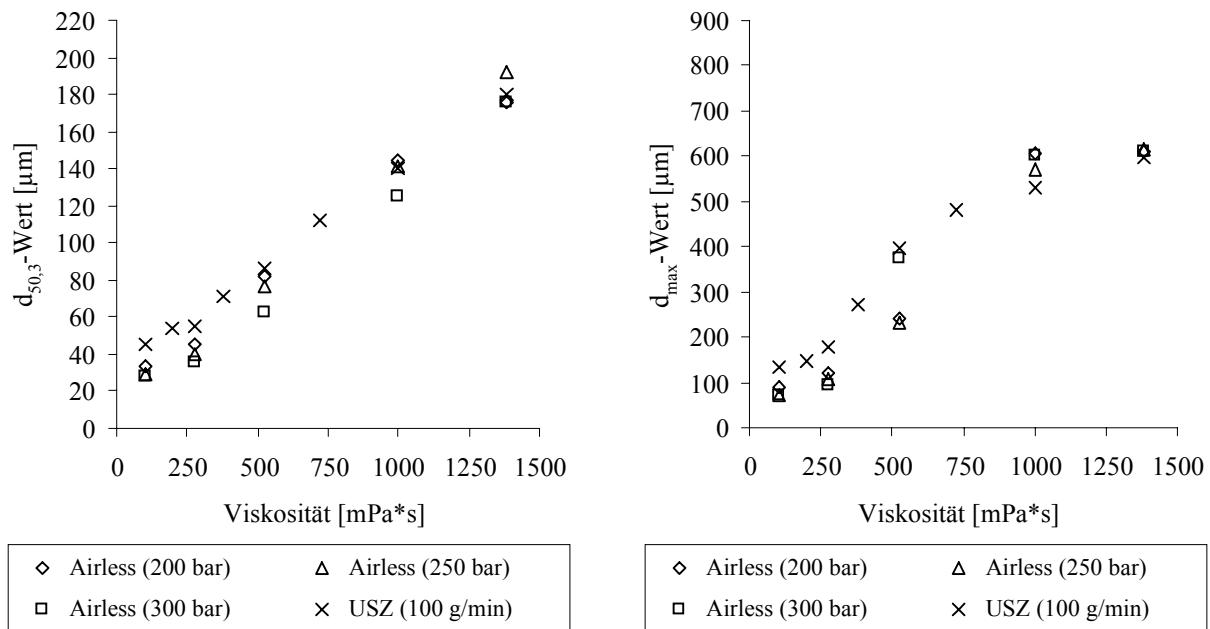


Abb. 4.69 Abhängigkeit des $d_{50,3}$ - und d_{max} -Wertes von der Viskosität bei der hydraulischen Zerstäubung (Feinsprühdüse 408) und USZ (5-Knotenfeld, 80 µm) von Alkydal F251.

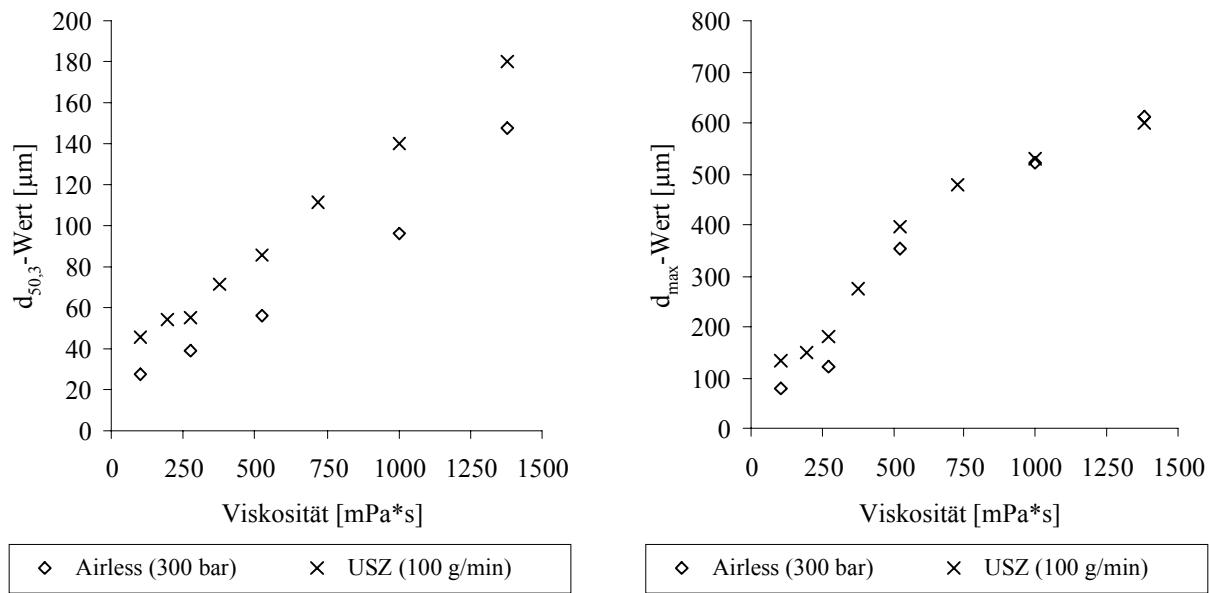


Abb. 4.70 Abhängigkeit des $d_{50,3}$ - und d_{max} -Wertes von der Viskosität bei der hydraulischen Zerstäubung (Standarddüse 407) und USZ (5-Knotenfeld, 80 µm) von Alkydal F251.

Der Unterschied in beiden Abbildungen besteht darin, dass für die hydraulische Zerstäubung in Abb. 4.69 die mit der Feinsprühdüse 408 erhaltenen Ergebnisse für verschiedene Materialdrücke und in Abb. 4.70 die entsprechenden Ergebnisse mit der Standardsprühdüse 407 zusammengestellt sind.

Der Vergleich der Medianwerte der bei der hydraulischen Zerstäubung erhaltenen Messwerte mit denen der USZ in einem 5-Knotenfeld (Amplitude = 80 µm) zeigt, dass die Zunahme der $d_{50,3}$ -Werte in Abhängigkeit von der Viskosität für beide Zerstäubungstechniken einen ähnlichen Verlauf haben. Bei einem Materialdruck von 200 bar entsprechen die Ergebnisse der hydraulischen Zerstäubung (Feinsprühdüse 408) sogar in etwa denen der USZ. Allerdings ist dabei zu berücksichtigen, dass die Massendurchsätze der hydraulischen Zerstäubung für beide Düsen je nach Viskosität des Materials zwischen 350 und 450 g/min liegen (s. Anhang 7.1.7) und somit etwa vier Mal höher sind. Interessanterweise zeigt die Standardsprühdüse 407 unter allen gegebenen Bedingungen eine bessere Zerstäubungsperformance als die Feinsprühdüse 408 mit Vorzerstäubung. Hinsichtlich der gebildeten maximalen Tropfendurchmesser ergeben sich gerade bei niedrigen Viskositäten Vorteile für die hydraulische Zerstäubung, die bei Steigerung der Viskosität aufgehoben werden.

Die Ergebnisse für die Vergleichsuntersuchung bei Verwendung des in BDGA gelösten Epoxidharzes EP304 fallen geringfügig anders aus. Bei Evaluierung der Medianwerte der hydraulischen Zerstäubung mit der Feinsprühdüse 408 (s. Abb. 4.71) ist festzustellen, dass diese bei niedrigen Viskositäten kleiner als die für die USZ in einem 5-Knotenfeld (Amplitude = 80 µm) sind.

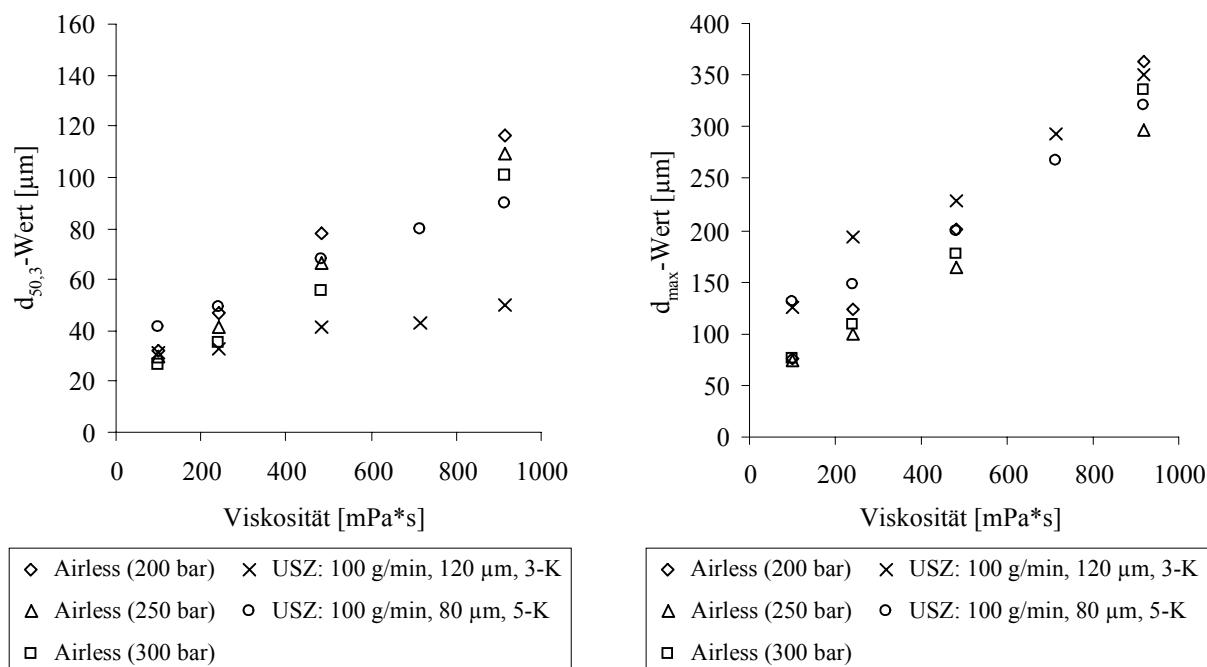


Abb. 4.71 Abhängigkeit des $d_{50,3}$ - und d_{max} -Wertes von der Viskosität bei der hydraulischen Zerstäubung (Feinsprühdüse 408) und USZ (5-Knotenfeld, 80 µm und 3-Knotenfeld, 120 µm) von EP304.

Allerdings verschiebt sich dieses Resultat bei hohen Viskositäten zugunsten der USZ. Die USZ in einem 3-Knotenfeld und hohen Schallenergien ist bezüglich der Medianwerte bei niedrigen Viskositäten mit der hydraulischen Zerstäubung vergleichbar und bei Viskositätssteigerung deutlich besser (s. Abb. 4.71 und Abb. 4.72). An dieser Stelle sei aber nochmals darauf hingewiesen, dass sich die Massenströme um einen Faktor von etwa 4 unterscheiden. Auch bei der Zerstäubung von EP304 zeigt die Standardsprühdüse 407 im Vergleich zur USZ im 5-Knotenfeld eine bessere Zerstäubungsqualität, indem sie stets Tropfen mit niedrigeren $d_{50,3}$ -Werte produziert (s. Abb. 4.72).

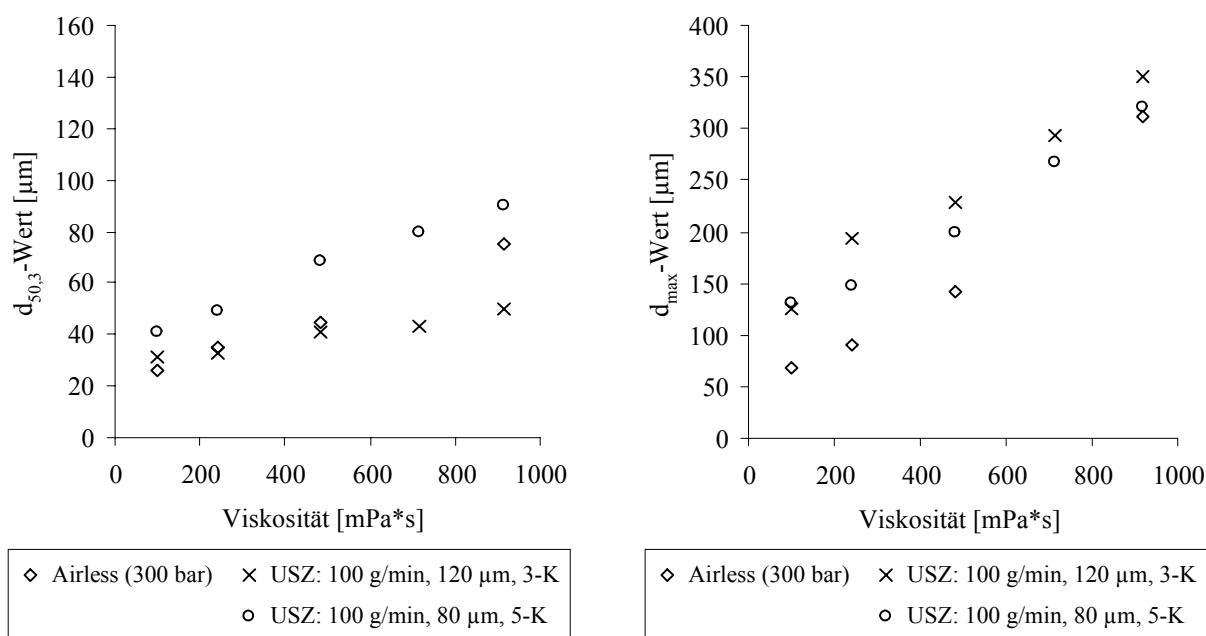


Abb. 4.72 Abhängigkeit des $d_{50,3}$ - und d_{max} -Wertes von der Viskosität bei der hydraulischen Zerstäubung (Standarddüse 407) und USZ (5-Knotenfeld, 80 μm und 3-Knotenfeld, 120 μm) von EP304.

Eine Analyse der mit EP304 gebildeten Tropfen mit maximalen Durchmessern ergibt besonders bei niedrigen Viskositäten klare Vorteile zugunsten der hydraulischen Zerstäubung, die sich bei höheren Viskositäten zum Vorteil der hydraulischen Zerstäubung umkehren.

In Tabelle 4.14 sind die für EP304 charakteristischen Kennwerte der Partikelgrößenverteilung für beide Zerstäubungstechniken aufgelistet.

Tabelle 4.14 Vergleich verschiedener charakteristischer Kennwerte der PGV bei der hydraulischen Zerstäubung ($p_{\text{Material}} = 300 \text{ bar}$) und USZ von EP304.

Zerstäuber	Massenstrom [g/min]	Viskosität [mPa·s]	$d_{50,3}$ -Wert [μm]	d' -Wert [μm]	d_{\max} -Wert [μm]	Δ-Wert	n-Wert
Airless Feinsprühdüse 408	480	100	26,70	31,53	74,64	1,36	1,94
	420	482	55,68	66,11	164,00	1,40	1,92
	410	917	100,97	118,44	297,0	1,34	2,04
Airless Standardsprühdüse 407	453	100	25,88	30,58	67,30	1,37	1,95
	398	482	44,86	53,98	142,48	1,48	1,88
	388	917	75,44	90,97	300,26	1,45	1,90
USZ (3-Knoten, 120 μm)	100	100	30,92	39,92	125,35	2,10	1,34
		482	41,12	61,61	228,00	2,35	1,11
		917	49,61	63,89	350,32	2,11	1,29

Die in Tabelle 4.14 aufgeführten $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte bestätigen die besseren Zerstäubungsresultate der Standarddüse 407 im Vergleich zur Feinsprühdüse 408. Die Medianwerte der USZ im 3-Knotenfeld (Amplitude = 120 μm) liegen bei Harzen mit Viskositäten oberhalb 500 mPa·s niedriger. Es werden jedoch größere maximale Tropfendurchmesser gebildet. Daher verwundert es nicht, dass hier die USZ breitere Partikelgrößenverteilungen aufweist als die hydraulische Zerstäubung (vgl. Δ- und n-Werte).

Fazit:

Die Medianwerte der bei der hydraulischen Zerstäubung von Alkydal F251 mit der Feinsprühdüse 408 und einem Materialdruck von 200 bar hergestellten Partikeln entsprechen in etwa denen der USZ im 5-Knotenfeld. Die USZ in einem 3-Knotenfeld und hohen Schwingungsamplituden liefert niedrigere $d_{50,3}$ -Werte als die hydraulische Zerstäubung, allerdings bei einem Massenstrom, der um den Faktor 4 kleiner ist.

Allgemein ergeben sich bei niedrigen Viskositäten bei hydraulischer Zerstäubung gegenüber der USZ geringere maximale Tropfendurchmesser. Somit resultieren bei dieser Zerstäubung engere Partikelgrößenverteilungen.

4.2.3 Vergleich zwischen Hochrotationszerstäubung und USZ

4.2.3.1 Anlage und Methode

Für die Vergleichsuntersuchung wird der Hochrotationszerstäuber *EcoBell M* der Fa. *Dürr Systems GmbH* wegen der bevorzugten Fadenzerstäubung mit einer gerändelten Glocke eingesetzt. Dabei ist das Laserbeugungsgerät derart zur Glocke ausgerichtet, dass der Laserstrahl Tropfen in einem Abstand von 200 mm Entfernung durchkreuzt, die sich axial und radial von der Glocke weg bewegen. Die Versuchsanordnung zur Partikelgrößenbestimmung bei der Hochrotationszerstäubung ist in Abb. 4.73 dargestellt.

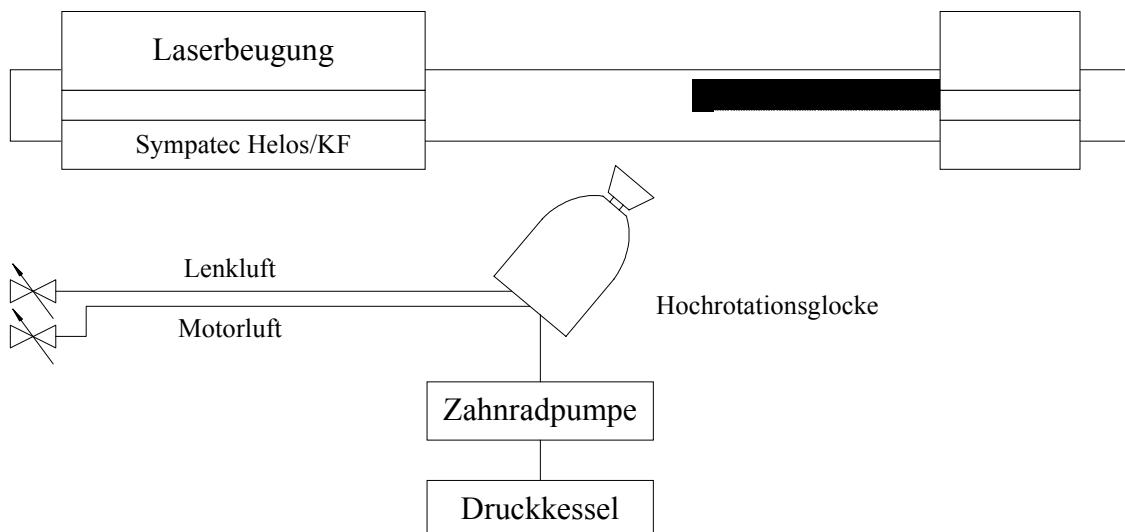


Abb. 4.73 Versuchsaufbau zur Hochrotationszerstäubung

Um zu vermeiden, dass zerstäubte Partikeln den Laserstrahl außerhalb des maximalen Detektionsbereichs durchkreuzen und somit aufgrund von auftretenden Streueffekten das Messergebnis maßgeblich verfälschen können, wird der Laserstrahl durch ein stoffundurchlässiges Rohr geführt, dessen Öffnung schräg angesägt ist. Das Innere dieser Röhre ist leicht mit Druckluft beaufschlagt, um zu vermeiden, dass feine Tropfen bis auf die Laserquelle gelangen. Die Glocke ist so ausgerichtet, dass die Drehachse und damit die Mitte des Sprühkegels auf die schräge Öffnung des Rohrs zeigen.

Die Motorluftmenge, die für den Antrieb der Glocke und somit deren Drehzahl verantwortlich ist, wird über eine Drehzahlregelung automatisch gesteuert. Die Motorluft wird den entsprechenden Belastungsverhältnissen auf der Glocke angepasst. So ist gewährleistet, dass auch bei Materialzufuhr die Drehzahl konstant gehalten wird. Dadurch ist eine Untersuchung der Ab-

hängigkeit des Massenstroms auf das Zerstäubungsverhalten unter gleichen Bedingungen möglich.

Eine Messung der PGV dauert drei Sekunden. Während dieser Messung werden 20 Messwerte ausgegeben, die sich ihrerseits jeweils aus 300 geräteinternen Messungen gemittelt werden.

Wie bei allen bisher beschriebenen Vergleichsuntersuchungen mit der USZ werden auch für die Hochrotationszerstäubung das in BDGA gelöste Epoxidharz EP304 und das in Xylol gelöste Alkydharz Alkydal F251 verwendet. In Tabelle 4.15 sind die eingestellten Viskositäten und Massenströme aufgelistet. Weiterhin sind dort der Lenkluftdruck und die Drehzahl der Glocke wiedergegeben.

Tabelle 4.15 Versuchsmatrix¹ für die Vergleichsuntersuchung zwischen USZ und Hochrotationszerstäubung.

Fluid 1		Fluid 2		Massenstrom [g/min]	p_{Lenkluft} [bar]	Drehzahl N [1/min]
Bezeichnung	Viskosität [mPa·s]	Bezeichnung	Viskosität [mPa·s]			
Beckopox EP304	100	Alkydal F251	104	80	0,25 (≈ 75 NL/min)	50.000
	243		274	100		
	482		523	150		
	715		723	200		
	917			300		
	1849			400		

Der Durchmesser der Glocke² mit Kreuzrändelung beträgt 54,4 mm. Die Fluidzufuhr erfolgt über eine Düse mit einem Durchmesser von 1,1 mm und einer großen Verteilerscheibe.

4.2.3.2 Ergebnisse – Vergleich USZ mit Hochrotationszerstäubung

Die Vergleichsuntersuchungen basieren auf Ergebnissen der USZ von EP304 in einem 3- und 5-Knotenfeld und der USZ von Alkydal F251 in einem 5-Knotenfeld. In Abb. 4.74 sind die $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte in Abhängigkeit des Massenstroms für verschiedene Viskositäten von Alkydal F251 aufgetragen.

¹ Gewählte und kombinierte Werte für die Variablen Viskosität, Massenstrom, Lenkluft und Drehzahl

² Weitere Angaben zur Glocke s. Anhang 7.1.8.

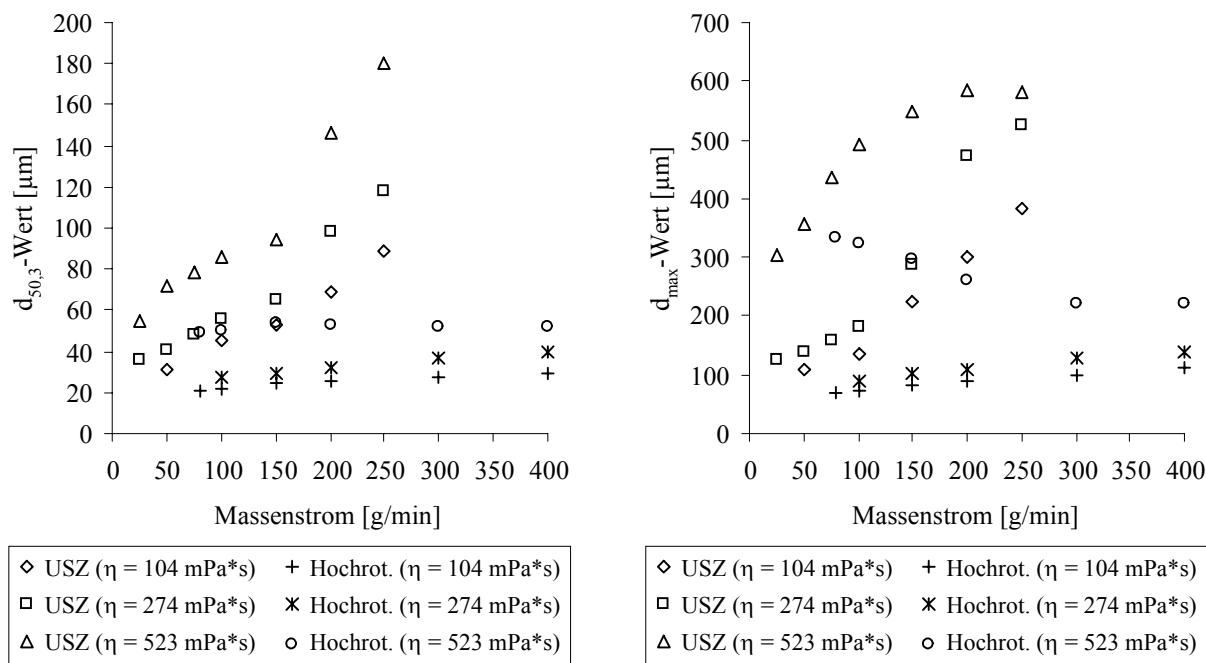


Abb. 4.74 Abhängigkeit des $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Wertes vom Massenstrom für verschiedene Viskositäten von Alkydal F251 bei der Hochrotationszerstäubung und USZ (5-Knotenfeld, 80 μm).

Anhand der Ergebnisse ist zu erkennen, dass sowohl die Medianwerte als auch die maximalen Tropfendurchmesser bei identischen Viskositäten für die Hochrotationszerstäubung im Vergleich zur USZ im 5-Knotenfeld (Amplitude = 80 μm) stets niedriger liegen. Insgesamt gesehen ist auch die Zunahme dieser Kennwerte in Abhängigkeit des Massenstroms deutlich geringer.

Auffällig ist eine große Differenz zwischen den Medianwerten bei der Hochrotationszerstäubung von Alkydal F251 mit Viskositäten von 274 mPa·s und 523 mPa·s. So ist für die Polymerlösung mit einer Viskosität von 523 mPa·s zunächst ein Anstieg der $d_{50,3}$ -Werte bis zu einem Massenstrom von 150 g/min ersichtlich. Wird der Massenstrom weiter gesteigert, bleiben diese Werte weitestgehend konstant. Die d_{\max} -Werte bei Zerstäubung dieser Lösung mittels Hochrotationsglocken fallen sogar kontinuierlich bis zu einem Massenstrom von 400 g/min ab. Dieses „paradoxe Verhalten“ kann mit der Lösemittelflucht des leichtflüchtigen Lösemittels Xylol erklärt werden, die sich besonders für höherviskose Materialien stark bemerkbar macht. Bei niedrigen Massenströmen ist der entstehende „Benetzungsfilm“ durch das Fluid auf der Glocke sehr dünn. Da die erzeugte Oberfläche auf der Glocke relativ groß ist, fällt das Verhältnis Lösemittelflucht zu zerstäubter Stoffmenge relativ groß aus. Somit ist die tatsächliche Viskosität des Fluids an der Zerstäuberkante deutlich höher als die ursprünglich eingestellte, zumal sich die Glocke durch die „Verdunstung“ abkühlt und dadurch die Visko-

sität zusätzlich erhöht wird. Wird nun der Massenstrom weiter gesteigert, reduziert sich das erwähnte Verhältnis und der Viskositätsanstieg zur Zerstäubungskante fällt geringer aus. Daher ist es möglich, dass die Kennwerte bei höheren Massenströmen konstant bleiben oder sogar abnehmen.

In Abb. 4.75 und Abb. 4.76 sind die Ergebnisse bezüglich der Massenstromabhängigkeit der $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte für die Vergleichsuntersuchung zwischen der Hochrotationszerstäubung und der USZ von EP304 im 5-Knotenfeld bzw. 3-Knotenfeld dargestellt. Genauso wie bei der Desintegration des Alkydharzes ist festzustellen, dass bei identischen Viskositäten die Kennwerte für die Hochrotationszerstäubung stets niedriger liegen und auch eine geringere Massenstromabhängigkeit aufweisen.

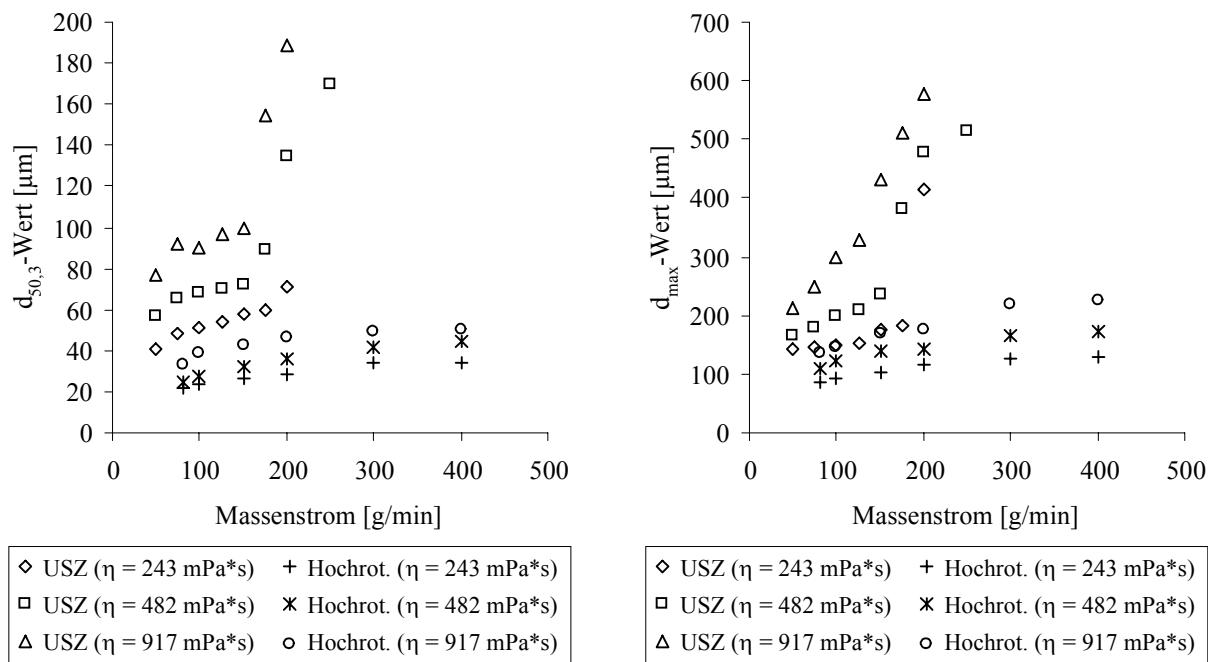


Abb. 4.75 Abhängigkeit des $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Wertes vom Massenstrom für verschiedene Viskositäten von EP304 bei der Hochrotationszerstäubung und USZ (5-Knotenfeld, 80 μm).

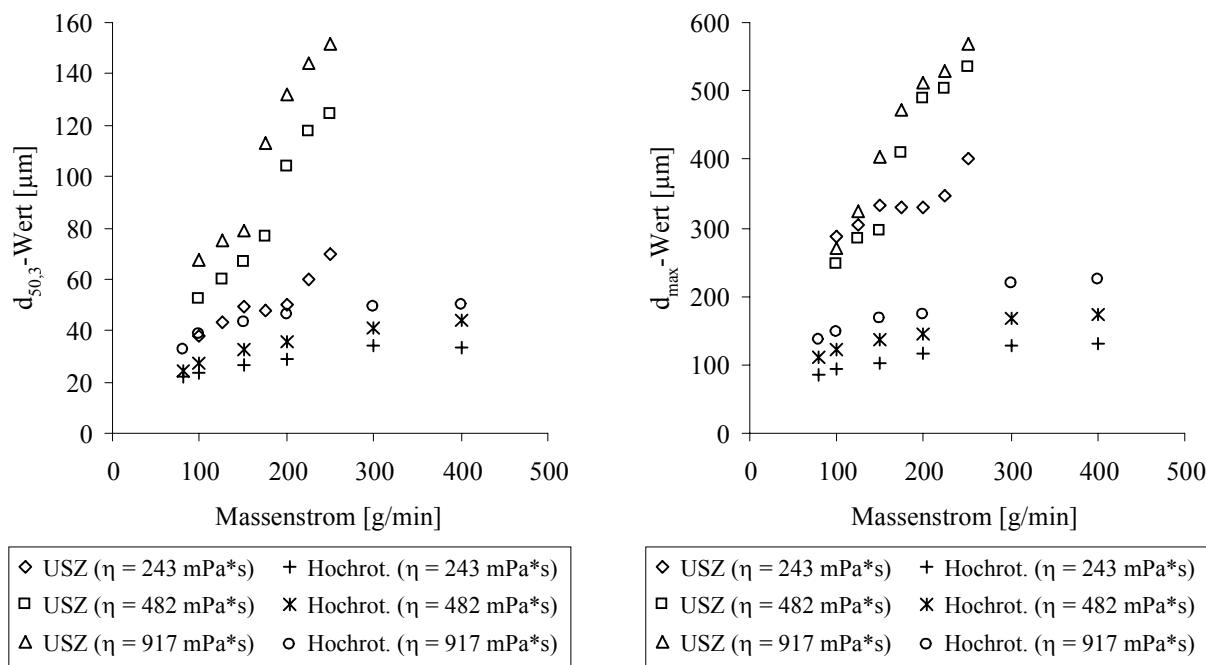


Abb. 4.76 Abhängigkeit des $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Wertes vom Massenstrom für verschiedene Viskositäten von EP304 bei der Hochrotationszerstäubung und USZ (3-Knotenfeld, 120 µm).

Im Vergleich zur USZ von Stoffen mit niedrigen Viskositäten (243 mPa·s) liegen bei der Hochrotationszerstäubung selbst bei deutlich höheren Viskositäten (917 mPa·s) sämtliche Kennwerte entweder niedriger oder höchstens auf gleichem Niveau. Besonders bei hohen Massenströmen zeichnet sich ein immer größer werdender Unterschied zwischen beiden Zerstäubungstechniken zugunsten der Hochrotationszerstäubung ab.

Sinkende oder stagnierende $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte bei Erhöhung des Massenstroms sind bei der Hochrotationszerstäubung vom gelösten Epoxidharz in Relation zum untersuchten Alkyharz aufgrund des schwerflüchtigen Lösemittels BDGA nicht gegeben.

Die Abhängigkeit der $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte von der Viskosität ist für die Desintegrationsmethoden in Abb. 4.77 zusammengefasst. Auch hier ergeben sich bei identischen Massenströmen signifikante Vorteile für die Hochrotationszerstäubung. Dabei ist die Zunahme der Medianwerte bei Erhöhung der Viskosität für die USZ im 3-Knotenfeld (Amplitude = 120 µm) und der Hochrotationszerstäubung vergleichbar.

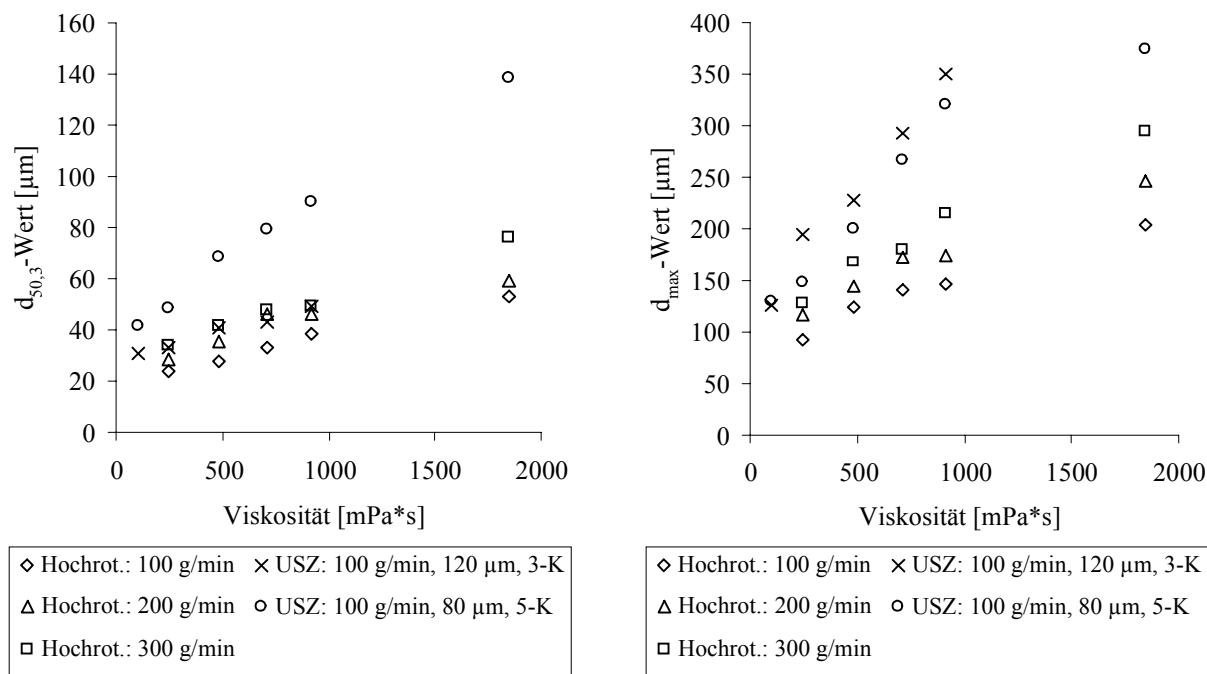


Abb. 4.77 Abhängigkeit des $d_{50,3}$ - und d_{max} -Wertes von der Viskosität bei der Hochrotationszerstäubung und USZ.

In Tabelle 4.16 sind zusammenfassend einige wichtige charakteristische Kennwerte der Partikelgrößenverteilung bezüglich der Desintegration von EP 304 für beide Zerstäubungstechniken aufgelistet.

Tabelle 4.16 Vergleich verschiedener charakteristischer Kennwerte der Partikelgrößenverteilung bei der Hochrotationszerstäubung und der USZ von EP304.

Zerstäuber	Viskosität [mPa·s]	$d_{50,3}$ -Wert [μm]	d' -Wert [μm]	d_{max} -Wert [μm]	Δ -Wert	n -Wert
Hochrotationsglocke	243	23,8	29,19	92,49	1,80	1,44
	482	27,65	34,79	123,39	1,89	1,48
	917	38,82	47,66	146,56	1,75	1,53
USZ (3-Knoten, 120 μm)	100	30,92	39,92	125,35	2,10	1,34
	482	41,12	61,61	228,00	2,35	1,11
	917	49,61	63,89	350,32	2,11	1,29

Anhand dieser Werte werden die Vorteile der Hochrotationszerstäubung untermauert. Zusätzlich geht aus der Tabelle hervor, dass durch die Hochrotationszerstäubung gegenüber der USZ noch engere Partikelgrößenverteilungen erzeugt werden.

Fazit:

Die Untersuchungen zeigen, dass bei Fluiden mit identischen Viskositäten und Massenströmen sich deutliche Vorteile für die Hochrotationszerstäubung gegenüber der USZ ergeben. Allgemein reagiert die Hochrotationszerstäubung weniger sensiv auf eine Steigerung des

Massenstroms, so dass diese Technologie eine interessante Alternative zur Desintegration von höherviskosen Fluiden mit größeren Massendurchsätzen sein könnte.

Gerade die Hochrotationszerstäubung wird je nach Massenstrom mehr oder weniger stark durch Verdunstungs- und Abkühleffekte während der Fließphase des Fluids auf der Glocke zur Zerstäuberkante beeinflusst. Durch die damit einhergehende Viskositätserhöhung werden größere Tropfen gebildet, was aber bei der Verarbeitung von Schmelzen auf geheizten Glocken nicht der Fall wäre.

5 Diskussion der Ergebnisse

Im Kapitel 4.2 wurden die Zerstäubungstechniken hinsichtlich ihrer Effizienz zur Zerstäubung hochviskoser Fluide untersucht. Ein bis im Detail verbindlicher Vergleich der einzelnen Desintegrationstechniken bzw. eine Deutung der erhaltenen Ergebnisse ist wegen der sehr unterschiedlichen Variablen und vor allem wegen ihrer Abhängigkeit untereinander nur unter Vorbehalt möglich. Trotzdem werden die charakteristischen Kennwerte der Partikelgrößenverteilungen gegenübergestellt und vergleichend beurteilt.

In Abb. 5.1 sind die $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werte in Abhängigkeit der Viskosität für die einzelnen Zerstäuber dargestellt. Die Ergebnisse der Airless-Zerstäubung beruhen auf der Einstellung eines Materialdrucks von 300 bar (Feinsprühdüse 408) und die der USZ auf die Desintegration in einem 3-Knotenfeld (Amplitude = 120 μm). Bei den beiden anderen Zerstäubern sind die Verfahrensparameter den entsprechenden Abschnitten der Vergleichsuntersuchungen zu entnehmen. Die Massenströme der konventionellen Zerstäuber liegen gegenüber der USZ ca. viermal höher.

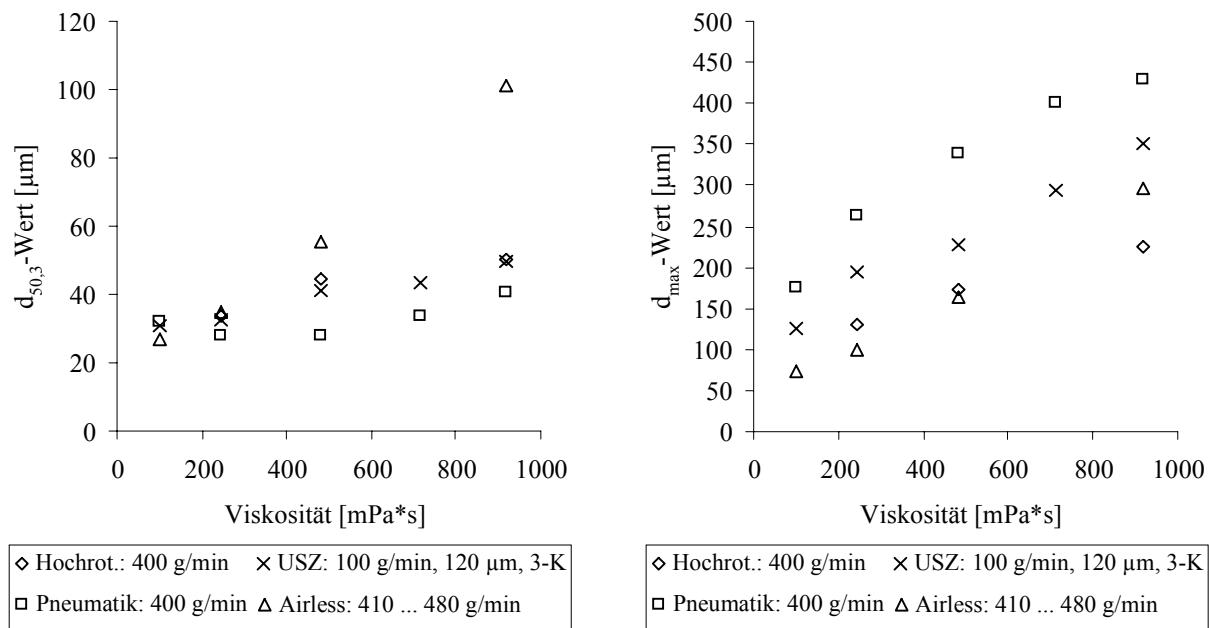


Abb. 5.1 Vergleich der Viskositätsabhängigkeit der untersuchten Zerstäuber.

Eine Analyse der Medianwerte ergibt, dass diese bei Stoffen mit Viskositäten bis ca. 250 mPa·s für die untersuchten Zerstäuber mit den zueinander entsprechend eingestellten Verfahrensparametern sehr eng beieinander liegen. Erst bei weiterer Viskositätserhöhung ergeben

sich signifikante Unterschiede in den $d_{50,3}$ - und d_{\max} -Werten zugunsten der pneumatischen Zerstäubung.

Bei Diskussion der Ergebnisse sollte beachtet werden, dass die Absolutwerte der Partikelgrößenverteilung je nach Zerstäuber durch verfahrenstechnische Maßnahmen noch mehr oder weniger stark abgesenkt werden können. Lediglich die Einstellwerte der derzeitigen USZ-Anlage befinden sich bereits am Limit. Daher ist es sinnvoller, den Trend der Medianwerte durch Materialvariable wie beispielsweise die Viskosität zu diskutieren. Für die USZ, die Hochrotationszerstäubung und die pneumatische Zerstäubung ergibt sich ein vergleichbarer Anstieg der $d_{50,3}$ -Werte in Abhängigkeit der Viskosität, auch wenn bei der pneumatischen Zerstäubung zwischen 250 und 500 mPa·s ein geringfügiger Abfall der Kennwerte auftritt. Nur die Medianwerte der durch hydraulische Zerstäubung erzeugte Tropfen reagieren deutlich sensibler auf Viskositätsänderungen. Allerdings gilt das nicht für die gebildeten maximalen Tropfendurchmesser. Hier schneidet die hydraulische Zerstäubung neben der Hochrotationszerstäubung am besten ab. Durch pneumatische Zerstäubung entstehen bei niedrigen $d_{50,3}$ -Werten die größten maximalen Tropfendurchmesser und folglich die breitesten Partikelgrößenverteilungen.

Fazit:

Ein direkter Vergleich der Ergebnisse bezüglich der gemessenen Tropfengrößen der untersuchten Zerstäubungstechniken ist kritisch zu beurteilen. Allerdings ergeben sich gerade für die Hochrotationszerstäubung Vorteile bei der Desintegration von hochviskosen Fluiden gegenüber den anderen Zerstäubungstechniken. Dabei sind die Einstellpotenziale zur Verringerung der Tropfengröße noch nicht völlig erschöpft.

Die Abhängigkeit der Medianwerte von der Viskosität bei der pneumatischen Zerstäubung ist zwar relativ gering. Allerdings werden durch diese Zerstäubungstechnik auch die größten maximalen Tropfendurchmesser und breiteste Partikelgrößenverteilung gebildet.

Die hydraulische Zerstäubung ist bis zu mittleren Viskositäten von ca. 500 mPa·s eine interessante alternative Zerstäubungstechnik, da hier die engsten Partikelgrößenverteilungen mit den geringsten maximalen Tropfendurchmessern entstehen.

6 Ausblick

Zur Optimierung der USZ bzw. deren Anlage ist ein tiefergehendes Verständnis des Desintegrationsprozesses im Ultraschallfeld erforderlich. Dabei soll eine numerische Simulation des Prozesses neue Erkenntnisse liefern. Dieses Vorhaben wird gefördert durch das *Ministerium für Schule, Wissenschaft und Forschung (MSWF)* des Landes Nordrhein-Westfalen im Rahmen des Innovationsprogramms Spitzenforschung: „Modellbildung und Simulation in der Produktionslinie chemischer Produkte“ unter dem Titel „Modellierung und Simulation des Prozesses der Feststoffpartikelherstellung –speziell von Pulverlacken- durch Zerstäuben von Polymerschmelzen im Ultraschall-Stehwellenfeld“.

Das Ziel weiterführender Arbeiten muss sein, den Schallwechseldruck im quasistationären Stehwellenfeld durch Anlagenmodifikation weiter zu steigern. Zu erwähnen sind hier u. a. die Sonotrodengestaltung, der Frequenzbereich für eine optimale Desintegration und die Vermeidung von Schwebungsfrequenzen.

Eine Minderung der Verschmutzung der Sonotrodenstirnflächen während der kontinuierlichen USZ durch Rücksprüheffekte und Ultraschallwinde sollte prinzipiell durch eine angepasste Auslegung der Lenkluft mit und ohne elektrostatischer Aufladung der USZ möglich sein. Unter derartigen Bedingungen ist abzuklären, inwieweit der maximale Tropfendurchmesser abgesenkt und die gesamte Partikelgrößenverteilung zu kleineren Teilchendurchmessern verschoben werden kann.

Eine industrierelevante Einsatzmöglichkeit der USZ könnte für die Herstellung von niedrigschmelzenden Pulverlacken auf Basis von kristallinen und semikristallinen Rohstoffen bestehen. Diese Produkte sind wegen ihrer niedrigen Glasübergangstemperatur dem damit verbundenen Schmelzverhalten mittels konventioneller Mahltechnik durch zusätzliche kostenträchtige Kühlung nur schwer zugänglich.

Die hydraulische Zerstäubung und die Hochrotationszerstäubung sind geeignete alternativen zur Desintegration hochviskoser Fluide. Daher ist es sinnvoll, neben der Optimierung und Weiterentwicklung der USZ, auch die alternativen Verfahren bezüglich der Herstellung von Feststoffteilchen bzw. Pulverlacken auf ihre Tauglichkeit zu überprüfen.

7 Anhang

7.1 Geräteliste

7.1.1 Tensiometer

Zur Bestimmung der Oberflächenspannung wird ein Gerät vom Typ *Contact Angle Measuring System G10* der Fa. *Krüss GmbH* eingesetzt, welches an einen handelsüblichen Personal-Computer angeschlossen ist. Gemessen wird nach der Methode des hängenden Tropfens [66] bei 22 °C.

7.1.2 Pyknometer

Die Dichte der Filmbildnersysteme ist gemäß DIN EN ISO 2811-1 mit dem Pyknometer bestimmt worden.

7.1.3 Rheometer

Zur Bestimmung der Viskositäten der untersuchten Polymerlösungen wird das Rheometer-System *Physica MC20* mit Universal-Messeinrichtung in Kombination mit dem Standard-Messsystem nach DIN Z3 verwendet. Angeschlossen ist ein handelsüblicher Personal-Computer mit der Rheolab-Software *RS 120* der Fa. *Physica Messtechnik GmbH*. Thermostatisiert wird das System über die Temperiereinheit *Julabo F30-MH* der Fa. *Julabo Messtechnik GmbH*.

7.1.4 Kamera und Nanolite

Grundlage der abgebildeten Fotos sind Videoaufnahmen, die mit verschiedenen handelsüblichen Videokameras aufgenommen wurden. Als Lichtquelle dient eine Nanosekunden-Blitzlampe vom Typ *Nanolite KL-L* der Fa. *HSPS GmbH*. Die erzeugten Blitze besitzen eine Halbwertsbreite von 18 ns und eine Energie von 25 mJ pro Blitz.

7.1.5 Trenntransformator

Zur Durchführung der Partikelgrößenbestimmung unter Hochspannung wurde ein spezieller Trenntransformator der Fa. *Roland Pechan GmbH & Co KG*, Machern angefertigt. Die genauen Daten sind in Tabelle 7.1 wiedergegeben.

Tabelle 7.1 Technische Daten des Trenntransformators

Ue	Ua	Pn	Isolationsspannung
230 V 50/60 Hz	230 V	3 KVA	80 KV - DC

7.1.6 Hochspannungskaskade

Zur Erzeugung der Hochspannung wurde eine Hochspannungskaskade der Fa. *Behr* verwendet, mit der Spannungswerte bis 120 KV eingestellt werden können. Der Schwellenwert für die automatische Abschaltung liegt bei 400 μ A. Weitere technische Details sind den Handbüchern von der Fa. *Behr* zu entnehmen.

7.1.7 Hydraulischer Zerstäuber

Für die hydraulische Zerstäubung wird eine Kolbenpumpe der Fa. *Graco* vom Typ *Xtreme King 56:1* verwendet. Angeschlossen ist eine Pistole der Fa. *Böllhoff* (jetzt *Graco*), die mit verschiedenen Düsentypen bestückt wird (s. Tabelle 7.2).

Tabelle 7.2 Bezeichnung und Daten der Düsentypen

Herstellerbezeichnung	Bez. nach DIN 24375	D_D [mm]	Winkel φ [°]	Düsentyp
FF 163-408	040020	0.2	40	Feinsprühdüsse
407	040023	0.23	40	Standardsprühdüse

Der Massenstrom ergibt sich aus der Kombination zwischen dem eingestellten Materialdruck, den Maßen der verwendeten Düse sowie der Materialeigenschaften. In Abb. 7.1 und Abb. 7.2 sind die Abhängigkeiten des Massenstroms vom Materialdruck für verschiedene Viskositäten von Alkydal F251 bzw. Beckopox EP304 dargestellt.

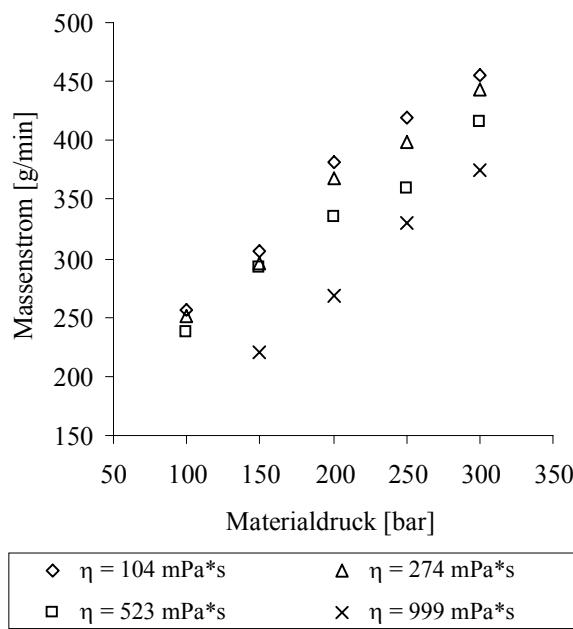


Abb. 7.1 Abhängigkeit des Massenstroms vom Materialdruck für Alkydal F251 (Düse 408)

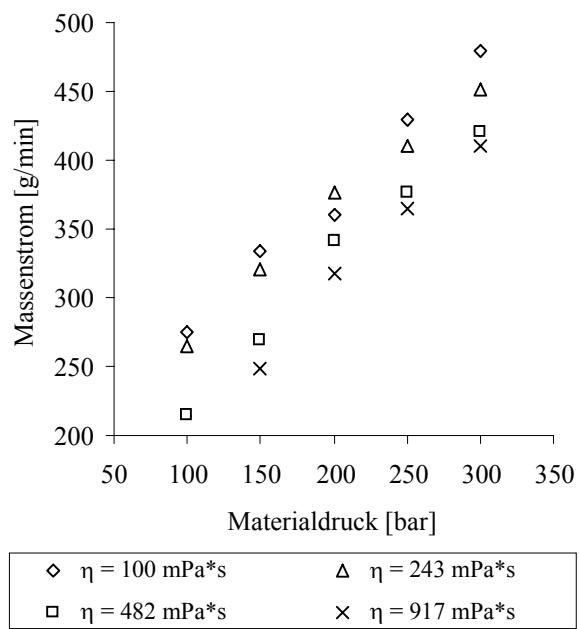


Abb. 7.2 Abhängigkeit des Massenstroms vom Materialdruck für EP304 (Düse 408)

7.1.8 Hochrotationszerstäuber

Für die Messungen wird der handelsübliche Hochrotationszerstäuber *EcoBell M* der Fa. *Dürr Systems GmbH* eingesetzt. Die luftbetriebene Turbine erreicht Drehzahlen bis zu 80000 /min. Der Druck der Lenkluft wird bei allen Messungen auf 0,25 bar eingestellt, was einem Durchsatz von 75 NL/min entspricht.

In Abb. 7.3 ist die genaue Abmessung der verwendeten Glocke dargestellt. Die Herstellerangaben zum Glockentyp sind in Tabelle 7.3 aufgelistet.

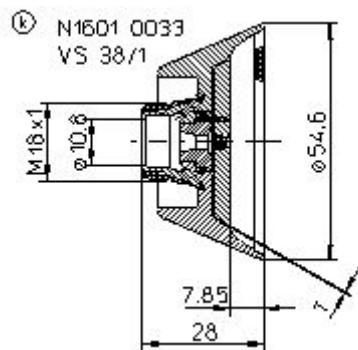


Abb. 7.3 Abmessung der kreuzgerändelten Glocke 33

Tabelle 7.3 Herstellerangaben zum Glockentyp

Glockenteller	Glockenteller Gehäuse	\varnothing (AD) / Rändelung	Verteilerscheibe	
N 1601 0033	M 0903 0035	55 mm / Kreuz	38 / 1	M 2703 0042

7.1.9 Pneumatischer Zerstäuber

Zur Untersuchung der pneumatischen Zerstäubung wird eine Automatisksprühpistole der Fa. *DeVilbiss* verwendet. Die genaue Herstellerbezeichnung der Pistole, Luftkappe, Düse sowie der Nadel sind in Tabelle 7.4 wiedergegeben.

Tabelle 7.4 Herstellerangaben zum Zerstäuber

Sprühpistole	Luftkappe	Düse	Nadel
SB-A-2-640 Typ AGG 510	No. 797 (12 Bohrungen)	AV1915 FF, 1.4, 0.55 (1,4 mm)	AGG 406 FF

7.1.10 USZ-Anlage

Zur Untersuchung der USZ von verschiedenen Fluiden wird eine Ultraschallanlage der Fa. *Branson* eingesetzt. Die Herstellerbezeichnung der Hauptbestandteile (Generator, Konverter, Booster und Sonotrode) sind in Tabelle 7.5 aufgeführt.

Tabelle 7.5 Herstellerangaben zur USZ-Anlage

Ultraschallgenerator	Konverter	Booster	Sonotroden
Branson PGB 210 A	902 R	900 Titan, schwarz	OF-44714 OF-44715

7.1.11 Laserdiffraktometer

Zur Bestimmung der Tropfengrößen bzw. Tropfengrößenverteilung wird ein Gerät vom Typ *Helos* der Fa. *Sympatec* eingesetzt. Das Gerät besitzt einen 5 mW He-Ne-Laser (Wellenlänge 632.8 nm). Als optischer Aufbau wird bei allen Messungen die herkömmliche Fourier Optik verwendet (500 mm Brennweite), die das Messen in einem Partikelgrößenbereich zwischen 0,5 und 875 μm erlaubt. Das Gerät wird mit einem handelsüblichen Personal-Computer gesteuert, auf dem die Software *Windex/Helos* der Version 3.4 installiert ist.

7.1.12 Mess- und Regelkarte

Zur Steuerung der USZ-Anlage sowie zur Messwerterfassung während des Desintegrationsprozesses wird eine Mess- und Regelkarte vom Typ *DAS 1802 ST-DA* (16 Kanäle, 333 KHz) der Fa. *Keithley* eingesetzt.

7.1.13 Extruder

Zur USZ der Polymerschmelzen werden die Rohstoffe in einem Extruder der Fa. *Haake* geschmolzen und über eine beheizbare Zahnradpumpe in das Ultraschallstehwellenfeld gefördert. Die Herstellerangaben der Extrudereinheit sind in Tabelle 7.6 wiedergegeben.

Tabelle 7.6 Herstellerangaben zur Extrudereinheit.

Extruderantrieb	Steuerung	Extrudervorsatz	Schmelzepumpe
Rheomex RC 300 P	Polylab-Software	PTW 25	MP 1

7.1.14 Siebmaschine

Die Siebung der Hergestellten Feststoffteilchen erfolgt mittels einer Siebmaschine der Fa. *Retsch* vom Typ *EML Nr. 5984*.

7.2 Liste und Daten der Filmbildner

Die folgenden Tabellen und Abbildungen zeigen die verwendeten Filmbildnersysteme mit den für die Untersuchung relevanten physikalischen Daten.

7.2.1 Alkydal F251 X

Es handelt sich um ein kurzöliges Alkydharz auf Basis gesättigter synthetischer Fettsäuren. Üblicherweise wird es als Industrie einbrennlack, in 2-K-Polyurethan- oder Nitrocellulose-Kombinationslacken eingesetzt. Das Handelsprodukt besitzt ca. 75 % Festkörper in Xylol. Zur Erreichung der gewünschten Viskosität zur Zerstäubung wurde es mit Xylol weiter verdünnt.

Tabelle 7.7 Daten der Polymerlösungen auf Basis von Alkydal F251/Xylol (bei 20 °C, η bei einer Scherrate von 1000 /s).

Harz	Lösungsmittel	Festkörper	Viskosität [mPa·s]	Oberflächenspannung [mN/m]	Dichte [g/ml]
Alkydal F251	Xylol	45	104	24,7	0,982
		50	198	25,8	0,994
		52,5	274	26,4	0,999
		55	378	27,0	1,005
		57,5	523	27,6	1,011
		60	723	28,2	1,017
		62,5	999	28,8	1,022
		65	1380	29,3	1,028
		67,5	1908	29,9	1,034
		70	2636	30,5	1,040
		72,5	3643	31,1	1,045

7.2.2 Beckopox EP304

Es handelt sich um ein festes unmodifiziertes Epoxidharz mit einem Schmelzbereich zwischen 65 und 80 °C. Es wird als Pulverlack oder zur Synthese von Epoxy-Fettsäureestern und zur Produktion von Pulverlacken benutzt. Als 2-K-System härtet es zusammen mit Isocyanaten aus. Zur Herstellung von Lösungen mit der gewünschten Viskosität wurde es in BDGA gelöst.

Tabelle 7.8 Daten der Polymerlösungen auf Basis von Beckopox EP304/BDGA (bei 20 °C, η bei einer Scherrate von 1000 /s).

Harz	Lösemittel	Festkörper	Viskosität [mPa·s]	Oberflächenspannung [mN/m]	Dichte [g/ml]
Beckopox EP304	BDGA	27,5	100	29,4	1,038
		33,6	243	30,5	1,052
		38,3	482	31,3	1,062
		41,0	715	31,8	1,069
		42,7	917	32,1	1,073
		47,5	1849	33,0	1,084
		50,3	2784	33,5	1,090
		53,7	4575	34,1	1,098

7.2.3 Beckopox EP307

Es handelt sich um ein festes unmodifiziertes Epoxidharz mit einem Schmelzbereich zwischen 80 und 100 °C. Es wird oft als Pulverlack oder in Kombination mit Phenol- und Aminoharzen z.B. als Einbrennlack zur Beschichtung von metallischen Verpackungsmaterialien eingesetzt. Als 2-K-System härtet es zusammen mit Isocyanaten aus. Zur Herstellung von Lösungen mit der gewünschten Viskosität wurde es in BDGA gelöst.

Tabelle 7.9 Daten der Polymerlösungen auf Basis von Beckopox EP307/BDGA (bei 20 °C, η bei einer Scherrate von 1000 /s).

Harz	Lösemittel	Festkörper	Viskosität [mPa·s]	Oberflächenspannung [mN/m]	Dichte [g/ml]
Beckopox EP307	BDGA	22,8	100	29,9	1,029
		26,8	189	30,5	1,038
		30,4	337	30,9	1,046
		32,8	495	31,2	1,052
		36,9	955	31,7	1,061

7.2.4 Beckopox EP309

Es handelt sich um ein festes unmodifiziertes Epoxidharz mit einem Schmelzbereich zwischen 100 und 150 °C. Es wird oft als Pulverlack oder in Kombination mit Phenol- und Aminoharzen z.B. als Einbrennlack zur Beschichtung von metallischen Verpackungsmaterialien eingesetzt. Als 2-K-System härtet es zusammen mit Isocyanaten aus. Zur Herstellung von Lösungen mit der gewünschten Viskosität wurde es in BDGA gelöst.

Tabelle 7.10 Daten der Polymerlösungen auf Basis von Beckopox EP309/BDGA (bei 20 °C, η bei einer Scherrate von 1000 /s).

Harz	Lösemittel	Festkörper	Viskosität [mPa·s]	Oberflächenspannung [mN/m]	Dichte [g/ml]
Beckopox EP309	BDGA	18,0	110	29,7	1,018
		26,8	550	30,6	1,040
		30,4	1060	31,0	1,049

7.2.5 Glucosesirup

Unter diesem Oberbegriff werden enzymatisch partiell hydrolysierte Stärkelösungen verstanden. Ein typisches Glucosesirup besteht zu etwa 10 % Glucose, 10 % Maltose/Matotriose sowie 80 % Oligo- und Polysacchariden. Wie bei den anderen untersuchten Systemen handelt es sich somit bei Lösungen mit Glucosesirup ebenfalls um Oligomer- bzw. Polymerlösungen. Zwar wird die Lösung nicht als Lackharz eingesetzt, jedoch lässt sich mit diesem System eine hohe Oberflächenspannung erreichen.

Tabelle 7.11 Daten der Polymerlösungen auf Basis von Glucosesirup/Wasser (bei 20 °C, η bei einer Scherrate von 1000 /s).

Harz	Lösemittel	Festkörper	Viskosität [mPa·s]	Oberflächenspannung [mN/m]	Dichte [g/ml]
Glucosesirup	Wasser	72,1	92	78,1	1,288
		80,5	542	82,3	1,328
		84,1	876	84,1	1,346

7.2.6 DER 662E

Es handelt sich um ein festes unmodifiziertes Epoxidharz mit einem Schmelzbereich zwischen 87 und 93 °C. Es wird oft als Pulverlack in Kombination mit einem Polyesterharz als sog. Hybridpulver vermarktet. Beschichtet werden damit metallische Substrate vornehmlich für den Innenbereich.

Die Viskosität der Schmelze wird über die Einstellung der jeweiligen Aufheizzonen der Extrudereinheit variiert. Die Abhängigkeiten der Viskosität und Oberflächenspannung von der Temperatur für die Polymerschmelze von DER 662E sind in Abb. 7.4 bzw. Abb. 7.5 dargestellt.

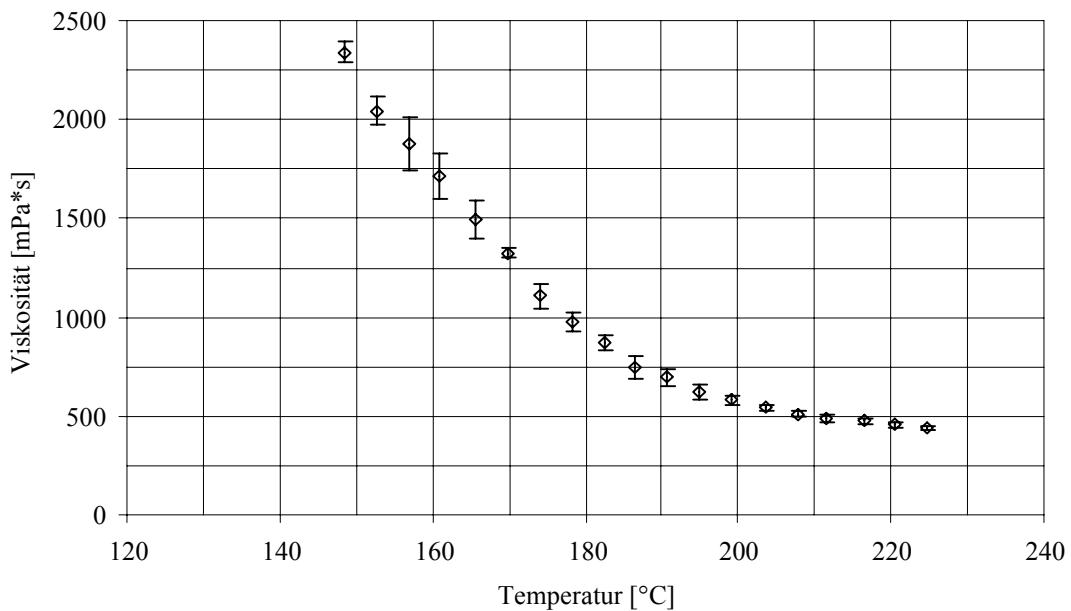


Abb. 7.4 Einfluss der Temperatur auf die Viskosität für das Epoxidharze DER662E.

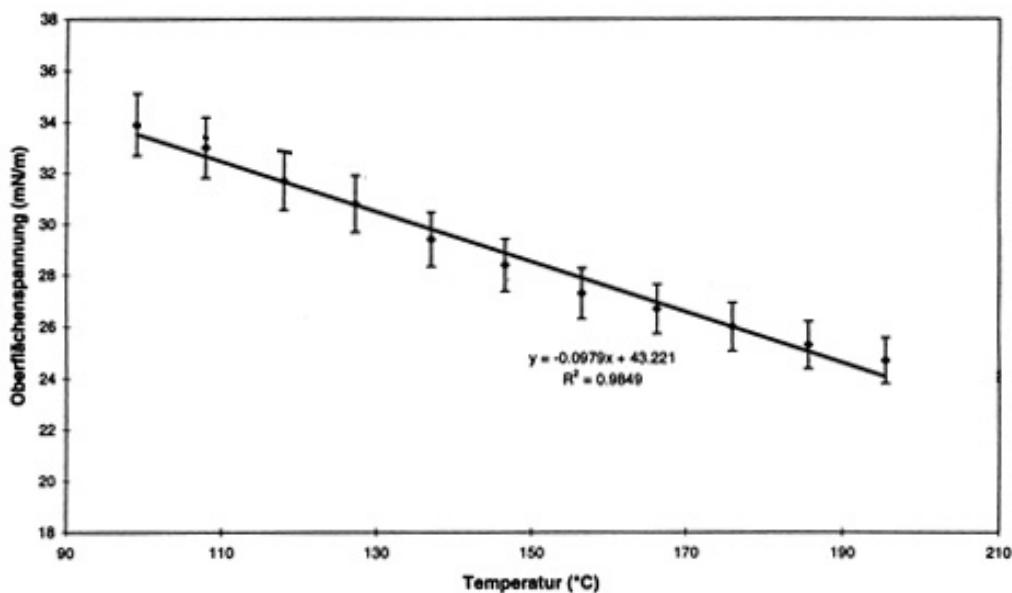


Abb. 7.5 Einfluss der Temperatur auf die Oberflächenspannung für das Epoxidharz DER662E.

7.2.7 Crylcoat E36492

Bei diesem Rohstoff für Pulverlacke handelt es sich um einen semikristallinen gesättigten carboxyl-terminierten Polyester, der verlaufsfördernde Eigenschaften besitzt. Für die Härtung kann das Material u. a. mit einem Harz auf Basis von GMA¹ verarbeitet werden.

¹ GMA Abk. für Glycidymethacrylsäureester.

Die Oberflächenspannung des Rohstoffs beträgt $36,7 \pm 0,3$ mN/m bei einer Temperatur von 160 °C. In Abb. 7.6 ist die Abhängigkeit der Viskosität von der Temperatur für den Rohstoff dargestellt.

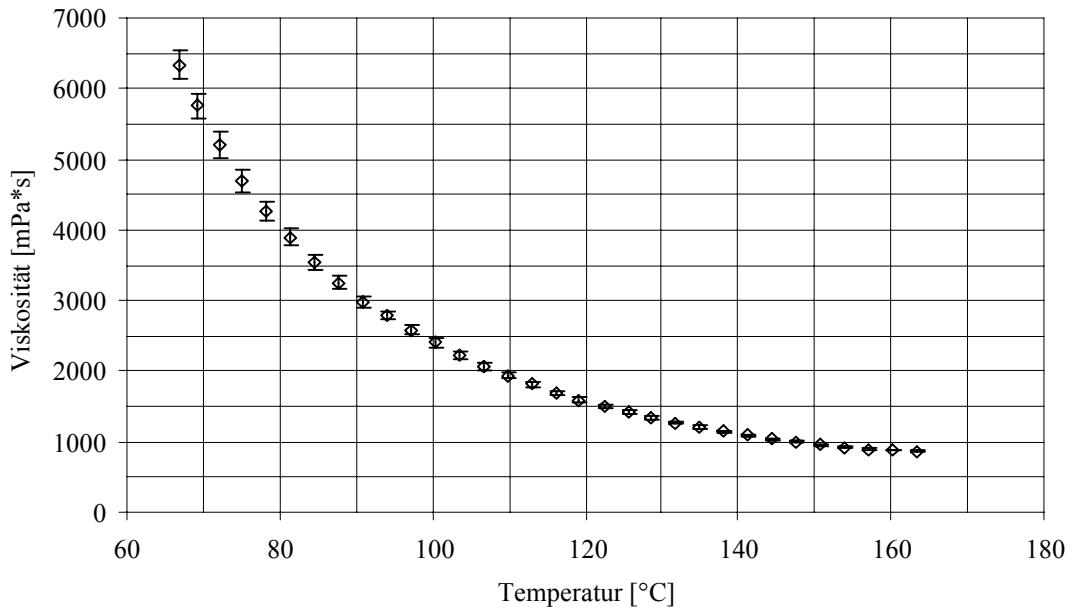


Abb. 7.6 Einfluss der Temperatur auf die Viskosität für den semikristallinen Polyester Crylcoat E36492.

8 Literatur

- 1 E.-G. Lierke, „Techniken und Anwendungen der Ultraschall-Zerstäubung – Ein Rückblick auf 35 Jahre Forschung und Entwicklung“, Chem.-Ing.-Tech., **70**, (1998), 7, S. 815-826.
- 2 W. Vauck, „Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik“, Dt. Verl. für Grundstoffindustrie, 11. Auflage, Stuttgart, 2000.
- 3 T. A. Misev, „Powder Coatings, Chemistry and Technology“, John Wiley & Sons Inc., New York, 1991.
- 4 M. Rüggeberg, J. Holzfuss, W. Lauterborn, „Schwingungsformen von Tropfen in einer stehenden Ultraschallwelle“, Fortschritte der Akustik, **21**, (1995), Bad Honnef, S. 743-746.
- 5 C.P. Lee, A.V. Anilkumar, T.G. Wang, „Static shape and instability of an acoustically levitated liquid drop“, Phys. Fluids A, **3**, (1991), 11, S. 2497-2515.
- 6 T.G. Wang, Acoustic Levitation and Manipulation for Space Application, Proceedings of the 1979 IEEE Ultrasonic Symposium, IEEE, New York 1979, S. 471-475.
- 7 S. D. Danilov, M.A. Mironov, „Breakup of a droplet in a high-intensity sound field“, J. Acoustic. Soc. Am., **92**, (1992), 5, S. 2747-2755.
- 8 F. R. Rayleigh, “On the instability of jets”, Proc. London Math. Soc., **10**, (1879), 4, S. 4-13.
- 9 R. D. Reitz, “Atomization and Other Breakup Regimes of a Liquid Jet”, Princeton: Princeton University, 1978, Dissertation.
- 10 J. P. Hund, “Spray Application Processes”, Metal finishing, **98**, (2000), 6, S. 181-197.
- 11 E.-G. Lierke, E. W. Ruckdeschel, „Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Pulvern oder Granulaten aus Metallen und Legierungen“, Deutsche Patentschrift DE 2656330 C2, Batelle-Inst. e.V., 1976.
- 12 E.-G. Lierke, R. Großbach, K. Flögel, „Verfahren und Vorrichtung zum Zerstäuben von Flüssigkeiten, Suspensionen und Emulsionen, agglomerierten Stäuben bzw. Pulvern sowie Mischungen derselben“, Deutsche Patentschrift DE 2842232 C2, Batelle-Inst. e.V., 1978.
- 13 E.-G. Lierke, K. Lühmann, S. Jönsson, M. Hohmann, L. Bendig, F. Hofmann, F. Gaa, „Vorrichtung zum Zerstäuben eines flüssigen Mediums mit Hilfe von Ultraschall“, Deutsche Patentschrift DE 3732325 A1, Batelle-Inst. e.V., 1987.
- 14 K. Bauckhage, N. Kunert, P. Schreckenberg, H. Vettters, „Verfahren und Vorrichtung zum Zerstäuben mindestens eines Strahles eines flüssigen Stoffes, vorzugsweise geschmolzenen Metalls“, Deutsche Patentschrift DE 3735787 A1, Stiftung Inst. für Werkstofftechnik Bremen, 1987.
- 15 K. Bauckhage, P. Schreckenberg, H. Vettters, „Verfahren zum Zerstäuben von flüssigen und festen Stoffen, vorzugsweise geschmolzenen Metalls“, Deutsche Patentschrift DE 3939178 A1, Branson Ultraschall, 1989.
- 16 A. Goldschmidt, G. Hohmann, K. Bauckhage, P. Schreckenberg, „Verfahren zum Beschichten von Werkstücken mit organischen Beschichtungsstoffen“, Deutsche Patentschrift DE 4328088 A1, 1993.
- 17 V. A. Sutilov, „Physik des Ultraschalls“, Springer Verlag, Berlin, 1954.
- 18 H. Kuttruff, „Physik und Technik des Ultraschalls“, Hirzel Verlag, Stuttgart, 1988.
- 19 L. Bergmann, „Der Ultraschall“, Springer Verlag, Berlin, 1954.
- 20 L. D. Landau, E. M. Lifschitz, „Lehrbuch der theoretischen Physik“, Band VI Hydrodynamik, 5. Auflage, Akademie Verlag, Berlin, 1991.

- 21 W. Lehfeldt, „Physikalische Grundlagen der Ultraschalltechnik“, Vogel-Verlag, Würzburg, 1973.
- 22 E. Meyer; E.-G. Neumann, „Physikalische und technische Akustik“, Vieweg Verlag, 3. Auflage, Braunschweig, 1979.
- 23 Z. Li, „Der Beitrag von Schallwechseldruck und Schallschnelle zur Fluid-Zerstäubung im Stehwellenfeld des Ultraschalls“, Shaker Verlag, Aachen, 1997, Dissertation.
- 24 A. L. Yarin, M. Pfaffenlehner, C. Tropea, „On the acoustic levitation of droplets“, Journal of Fluid Mechanics, **356**, (1998), S. 65-91.
- 25 K. Bauckhage, O. Andersen, S. Hansmann, W. Reich, P. Schreckenberg, „Production of fine powders by ultrasonic standing wave atomization“, Powder Technology, **86**, (1996), S. 77-86.
- 26 S. Schädlich, „Untersuchung von Schallfeldkenngrößen bei der Ultraschall-Stehwellenzerstäubung unter Berücksichtigung der Differenz in der Eigenfrequenz der Schallquellen“, Universität Bremen (Fachgebiet Verfahrenstechnik), 2001, Studienarbeit.
- 27 H. Vettters, O. Andersen, C. Lemmer, R.-X. Meng, P. Schreckenberg, K. Bauckhage, „Erzeugung von Pulvern durch Zerstäuben und Schnellabschreckung von Schmelzen Teil 3.“, HTM, **51**, (1996), 2, S. 107-112.
- 28 K. Bauckhage, „Das Zerstäuben metallischer Schmelzen“, Chem.-Ing.-Tech. **64**, (1992), 4, S. 322-332.
- 29 G. Grießhammer, E.-G. Lierke, „Metallpulvergewinnung durch Ultraschall-Verneblung metallischer Schmelzen“, VDI-Z., **110**, (1968), 9, S. 343-348.
- 30 O. Andersen, P. Schreckenberg, K. Bauckhage, „Production of Fine Metal Powders by Ultrasonic Standing Wave Atomization“, International Journal of Powder Metallurgy, **31**, (1995), 4, S. 341-349.
- 31 H. Vettters, P. Schreckenberg, K. Bauckhage, „REM-Analyse einer ultraschallverdüssten schnellabgeschreckten Cu-Ni-P-Legierung“, Prakt. Met., **28**, (1991), 10, S. 522-531.
- 32 A. Morgan, „Ultrasonic Atomization“, Advances in Sonochemistry, **3**, (1993), S. 145-164.
- 33 O. Reipschläger, „Desintegration von Fluiden im Ultraschallfeld: Modellierung, Simulation, Experimente“, Universität Paderborn, 2002, Dissertation.
- 34 DIN 66141, „Darstellung von Korn- (Teilchen-)größenverteilungen“, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, Beuth-Verlag, 1974
- 35 R. Rosin, E. Rammler, “The laws governing the fineness of powder coal”, J. Inst. Fuel, **7**, (1933), S. 29-36.
- 36 K. Leschonski, “Representation and Evaluation of Particle Size Analysis Data”, Part. Charact., **1**, (1984), S. 89-95.
- 37 H. Rumpf, „Particle Technology“, London, Chapman and Hall, 1990.
- 38 H. A. Troesch, “Durchschnittliche, mittlere und andere charakteristische Tropfendurchmesser von Tropfenspektren zerstäubter Flüssigkeiten“, Z. angew. Math. Phys., **45**, (1994), S. 336-344.
- 39 P.A. Mugele, H.D. Evans, “Droplet Size Distribution in Sprays”, Ind. Eng. Chem., **43**, (1951), S. 1317-1324.
- 40 R. W. Tate, “Some Problems Associated with Accurate Representation of Drop-Size Distribution in Gas Turbine Fuel Nozzle Spray”, ASME Paper ASME 79-WA/GT-12, 1979.
- 41 A. H. Lefebvre, „Atomization and Sprays“, New York, Hemisphere, 1989.
- 42 T. Paloposki, “Drop Size Distributions in Liquid Sprays” Acta Polytechnica Scandinavica, ME **114**, Helsinki, 1994.

- 43 DIN 66144, „Logarithmisches Normalverteilungs-Netz“, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, Beuth-Verlag, 1974.
- 44 DIN 66145, „RRSB-Netz“, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, Beuth-Verlag, 1976.
- 45 M. Gazka, „Formeinfluß der Sonotroden auf die gemessenen Schallwechseldrücke bei der Erzeugung eines stehenden Ultraschallfeldes“, Universität Bremen (Fachgebiet Verfahrenstechnik), 1994, Studienarbeit.
- 46 F. K. Kneubühl, M. W. Sigrist, „Laser“, Teubner, 1991.
- 47 W. D. Bachalo, „Spray diagnostics for the twenty-first century“, Atomization and Sprays, **10**, (2000), S. 439-474.
- 48 A. J. Yule, J. J. Dunkley, „Atomization of Melts“, Oxford, Clarendon Press, 1994.
- 49 A. J. Hewitt, „Droplet Size Spectra Produced by Air-Assisted Atomizers“, J. Aerosol Sci., **24**, (1993), 2, S. 155-162.
- 50 T. Scholz, „Experimentelle Untersuchungen zur Mehrphasenströmung im Sprühkegel eines elektrostatisch unterstützten Hochrotationszerstäubers“, Fortschritt-Berichte VDI, Reihe 7, Nr. 346, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1998.
- 51 P. L. Corbeels, D. W. Senser, A. H. Lefebvre, „Atomization Characteristics of a High-Speed Rotary-Bell Paint Applicator“, Atomization and Sprays, **2**, (1992), S. 87-99.
- 52 J. Reiter, „Grundsatzuntersuchungen für die Zerstäubung von Polymerschmelzen mit Hilfe der Ultraschall-Stehwellen-Technik“, Universität Paderborn, 1997, Diplomarbeit.
- 53 O. Andersen, „Feinstzerstäubung von Metallschmelzen mittels Ultraschall-Stehwellen-Zerstäubung am Beispiel von Zinn“, Shaker Verlag, Aachen, 1997, Dissertation.
- 54 A. V. Anilkumar, C. P. Lee, T. G. Wang, „Stability of an acoustically levitated and flattened drop: An experimental study“, Phys. Fluids A, **5**, (1993), 11, S. 2763-2774.
- 55 S. Hansmann, „Einfluss von Stoff- und Betriebsparametern auf die Zerstäubung hochviskoser Flüssigkeiten im Ultraschall-Stehwellenfeld“, Shaker Verlag, Aachen, 1996, Dissertation
- 56 W. Reich, „Die Ultraschall-Stehwellen-Zerstäubung als kontinuierliches Disintegrationsverfahren für die Feinstpulvererzeugung aus Glasschmelzen“, Shaker Verlag, Aachen, 1995, Dissertation.
- 57 E. Mehrhardt, „Zerstäubung von Flüssigkeiten mit rotierenden Scheiben“, Fortschr.-Ber. VDI-Z., Reihe 3, Nr. 52, Düsseldorf: VDI-Verlag, 1979.
- 58 F. R. Rayleigh, „On the instability of jets“, Proc. London Math. Soc., **10**, (1879), 4, S. 4-13.
- 59 L. Bayvel, Z. Orzechowski, „Liquid Atomization“, Taylor & Francis, Washington, 1993.
- 60 T.-U. Yu, S.-W. Kang, M. A. Toqan, P. M. Walsh, D. J. Teare, J. M. Beér, A. F. Sarofim, „Effect of fuel treatment on coal-water fuel combustion“, 21st Symposium (International) on Combustion, 3-8 August 1986 München, (1986), S. 369-378.
- 61 C. Weber, „Zum Zerfall eines Flüssigkeitsstrahls“, Zeitschr. angew. Math. Mech., **10**, (1931), 2, S. 136-154.
- 62 R. P. Fraser, P. Eisenklam, N. Dombrowski, D. Hasson, „Drop Formation from Rapidly Moving Liquid Sheets“, A.I.Ch.E. Journal, **8**, (1962), 5, S. 672-680.
- 63 N. Dombrowski, W. R. Johns, „The aerodynamic instability and disintegration of viscous liquid sheets“, Chem. Eng. Sci., **8**, (1963), S. 203-214.
- 64 E. H. Trinh, J. L. Robey, „Experimental study of streaming flows associated with ultrasonic levitators“, Phys. Fluids, **6**, (1994), 11, S. 3567-3579.
- 65 C. P. Lee, T. G. Wang, „Outer acoustic streaming“, J. Acoust. Soc. Am., **88**, (1990), S. 2357 ff.
- 66 P. Profos, „Handbuch der industriellen Messtechnik“, Vulkan Verlag, Essen, 1978.

- 67 A. Goldschmidt, H.-J. Streitberger, „BASF Handbuch Lackiertechnik“, Vincentz Verlag, Hannover, 2002.
- 68 R. Mattern, „Chemische und verfahrenstechnische Maßnahmen zur Verbesserung des optischen Eigenschaftsprofils von Pulverlacken“, Universität Paderborn, 1998, Dissertation.
- 69 M. Top, „Einfluss von Viskosität und Oberflächenspannung auf die Partikelgröße von Fluiden in Abhängigkeit vom Zerstäubungsverfahren“, Universität Paderborn, 2002, Diplomarbeit.
- 70 R. Meng , „Untersuchung zum Wärmeübergang in unterschiedlichen Konfigurationen von Utraschallfeldern, u. a. Zerstäubung metallischer Schmelzen“, Universität Bremen, 1997, Dissertation.
- 71 M. Slinckx, N. Henry, A. Krebs, G. Uytterhoeven, „High-solids automotive coatings“, Progress in Organic Coatings, **38**, (2000), S. 163-173.
- 72 O. Renner, „Die elektrostatischen Sprühverfahren, das Verfahren der AEG“, DeFaZet, **12**, (1958), 6, S. 221-227.
- 73 T. Agui, M. Nakajima, „Drop formation characteristics of electrostatic ink jet using water-based ink“, IEEE Transactions on Electronic Devices ED-24, (1977), 3 ,S. 262-266.
- 74 H. Müller, „Untersuchung zur elektrostatischen Zerstäubung von Flüssigkeiten für verfahrenstechnische Anwendungen“, Universität Aachen, 1960, Dissertation.
- 75 W. Kleber, „Der Mechanismus der elektrostatischen Lackzerstäubung“, Plaste & Kautschuk, **10**, (1963), 7, S. 441-508.
- 76 W. Kleber, „Untersuchung des Mechanismus der elektrostatischen Lackzerstäubung“, Proceedings of the Surface, **66**, (1966), S. 283-291.
- 77 W. Kleber, „Zum Mechanismus der elektrostatischen Lackzerstäubung“, I-Lack, **55**, (1987), 3, S. 85-92.
- 78 O. Ruff, G. Niese, F. Thomas, „Über die Abhängigkeit der Oberflächenspannung von der elektrischen Aufladung“, Annalen der Physik, **82**, (1927), S. 618-626.
- 79 A.G. Bailey, W. Balachandran, „The dispersion of liquids using centrifugal and electrostatic forces“, IEEE Transactions of Industry Application IA-20, (1984), 3, S. 682-686.
- 80 G.C. Bell, J. Hochberg, „Mechanics of electrostatic atomization, transport, and deposition of coatings“, Advances in organic coatings, science and technology, **5**, (1983), Basel, S. 325-357.
- 81 T. Scholz, „Experimentelle Untersuchung zur Mehrphasenströmung im Sprühkegel eines elektrostatisch unterstützten Hochrotationszerstäubers“, Fortschr.-Ber. VDI Reihe 7, Nr. 346, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1998.
- 82 K.-S. Im, M.-C. Lai, Y. Liu, „Visualization and Measurement of Automotive Electrostatic Rotary-Bell Paint Spray Transfer Processes“, Journal of Fluids Engineering, **123**, (2001), S. 237-245.
- 83 K. Bauckhage, G. Schulte, T. Scholz, „Atomization of water based metallic paint by means of electrostatic rotary atomizers“, ICLASS-94, France, (1994), S. 1010-1018.
- 84 C. Lempa, „Konstruktion einer USZ-Anlage für den Einsatz in der Lackiertechnik“, Universität Paderborn, 1998, Diplomarbeit.
- 85 A. Goldschmidt, J. Reiter, J. Vestweber, „Einsatz der Ultraschall-Stehwellen-Zerstäubung für die Herstellung von Pulverlacken“, 5. DFO-Tagung, Konferenz-Einzelbericht, 8-9 Juni 1999 in Lindau, **40**, (1999), DFO Düsseldorf, S. 93-100.
- 86 J. Vestweber, J. Reiter, A. Goldschmidt, „Die Ultraschallstehwellenzerstäubung“, Schriftenreihe VILF-Vorträge, Es muß nicht immer flüssig sein! - Vom Pulverlack bis zum Trockenmörtel, **2**, (1999), VILF, S.34-42.

- 87 J. Vestweber, „Untersuchung des Filmbildeverhaltens mittels Ultraschallstehwellenzerstäubung hergestellter Pulverlacke“, Universität Paderborn, 1999, Diplomarbeit.
- 88 F. S. Mandel, C. D. Green, A. S. Scheibelhoffer, „Method of preparing coating materials“, Patentschrift WO 94/09913, Ferro Corp., 1994.
- 89 E. Weidner, M. Petermann, K. Blatter, V. Rekowski, „Manufacture of Powder Coatings by Spraying of Gas-Enriched Melts“, Chem. Eng. Technol., **24**, (2001), 5, S. 529-533.
- 90 M. Petermann, E. Weidner, V. Rekowski, „Gefrieren statt Schmelzen“, Farbe & Lack, **108**, (2002), 5, S. 32-38.
- 91 M. Timothy, A. Morgan, “Powder coating compositions and process for the manufacture thereof”, Patentschrift WO 92/00342, Courtaulds Coatings Ltd., 1992.
- 92 J. C. Lasheras, E. J. Hopfinger, “Liquid Jet Instability and Atomization in a Coaxial Gas Stream”, Annu. Rev. Fluid Mech., **32**, (2000), S 275-308.
- 93 K. W. Thomer, „Maßnahmen zum Verbessern der pneumatischen Lackzerstäubung - Teilchengrößenbestimmung im Spritzstrahl“, Springer-Verlag, Berlin, 1982.
- 94 H. Schene, „Der Zerstäubungsvorgang beim Lackspritzen“, Ind. Lackierbetr., **28**, (1960), 7, S. 207-216.
- 95 K. Y. Kim, W. R. Marshall, „Drop-size Distribution form Pneumatic Atomizers“, Am. Inst. Chem. Eng. J., **17**, (1971), 3, S. 575-584.
- 96 L. D. Wigg, “Drop-size Prediction for Twin-fluid Atomizers”, J. Inst. Fuel, **37**, (1964), S. 500-505.
- 97 N. Dombrowski, R. P. Fraser, „A Photographic Investigation into the Disintegration of Liquid Sheets”, Math. Phys. Sci., **247**, (1954), 924, S. 101-130.
- 98 R. P. Fraser, P. Eisenklam, „Research into the Performance of Atomizers for Liquids“, Imp. Coll. Chem. Eng. Soc. J., **7**, (1953), S. 52-68.
- 99 M. M. Elkotb, „Fuel Atomization for Spray Modeling“, Prog. Energy Combust. Sci., **8**, (1982), 1, S. 61-91.
- 100 A. C. Merrington, E. G. Richardson, „The breakup of Liquid jets“, Proc. Phys. Soc., **59**, (1947), 33, S. 1-13.
- 101 Y. Tanasawa, S. Toyoda, „On the Atomization of a Liquid jet issuing from a Cylindrical Nozzle“, Tech. Report of Tohoku University, 19-2, (1955), S. 135.
- 102 H. Hiroyasu, T. Katoda, “Fuel Droplet Size Distribution in a Diesel Combustion Chamber”, SAE Trans., (1974), paper 74017.
- 103 Y. Tanasawa, Y. Miyasaka, M. Umehara, “Effect of Shape of rotating disks and cups on liquid atomization”, Proc. ICLASS-78, 7-3, (1978), Tokyo, S. 165-72.
- 104 DIN EN ISO 3251, „Bestimmung des nichtflüchtigen Anteils von Lacken, Anstrichstoffen und Bindemitteln für Lacke und Anstrichstoffe“, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Beuth-Verlag, Berlin, 1995.
- 105 K. Bauckhage, “Nutzung unterschiedlicher Streulichtanteile zur Partikelgrößenbestimmung in dispersen Systemen“, Chem.-Ing.-Tech., **65**, (1993), S. 1200-1205.
- 106 R.H. Müller, R. Schuhmann, “Teilchengrößenmessung in der Laborpraxis“, Wissenschaftliche Verlagsges. mbH, Band 38, 1996.
- 107 M. Born, E. Wolf, „Principles of optics – Electromagnatic theory of propagation, interference and diffraction of light“, 6. korrigierte Auflage, Pergamon Press, 1987.
- 108 H. C. van de Hulst, „Light Scattering by Small Particles“, Wiley, New York, 1981.
- 109 U. Vielhaber, H. Wachernig, „Partikelgrößenbestimmung im Bereich 0,1 – 2000 µm“, Verfahrenstechnik, **24**, (1990), 11, S. 36-45.