



(10) **DE 11 2016 003 091 T5 2018.05.30**

(12)

Veröffentlichung

der internationalen Anmeldung mit der
(87) Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2017/007644**
in der deutschen Übersetzung (Art. III § 8 Abs. 2
IntPatÜG)
(21) Deutsches Aktenzeichen: **11 2016 003 091.6**
(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US2016/039911**
(86) PCT-Anmeldetag: **28.06.2016**
(87) PCT-Veröffentlichungstag: **12.01.2017**
(43) Veröffentlichungstag der PCT Anmeldung
in deutscher Übersetzung: **30.05.2018**

(51) Int Cl.: **B01J 20/28 (2006.01)**
B01J 20/18 (2006.01)
B01J 20/30 (2006.01)
H04R 1/28 (2006.01)

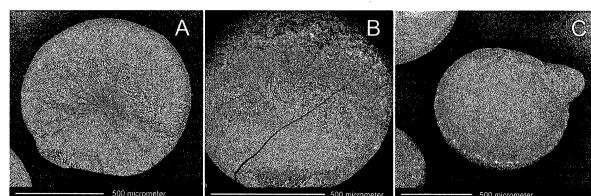
(30) Unionspriorität: 1511875.5 07.07.2015 GB	(72) Erfinder: Leike, Reimar, Wilmington, Del., US; Sauer, Juergen, Wilmington, Del., US; Kobler, Johannes, Wilmington, Del., US
(71) Anmelder: Nautilus Capital Corp., Wilmington, Del., US	
(74) Vertreter: BARDEHLE PAGENBERG Partnerschaft mbB Patentanwälte, Rechtsanwälte, 81675 München, DE	

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.

(54) Bezeichnung: **Verbessertes Material für eine rasche Gassorption in Lautsprechern**

(57) Zusammenfassung: Offenbart wird ein Aufbau von im Wesentlichen runden Partikeln mit einem durchschnittlichen Durchmesser zwischen 0,1 und 4 mm, mehr bevorzugt zwischen 0,3 und 2 mm und am meisten bevorzugt zwischen 0,8 und 1,2 mm, wobei die mithilfe von ISO 697 ermittelte Dichte des Aufbaus zwischen 250 kg/m³ und 400 kg/m³ liegt. Die im Wesentlichen runden Partikel umfassen mindestens ein mikroporöses Material und optional mindestens ein Bindemittel, wobei der Aufbau ein Porenvolumen umfasst, wobei das Porenvolumen Poren umfasst, die das Ergebnis von leerem Raum zwischen verschiedenen einzelnen der im Wesentlichen runden Partikel sind sowie von Poren, die sich innerhalb der im Wesentlichen runden Partikel befinden.



Beschreibung

[0001] Diese Anmeldung beansprucht den Nutzen der ausländischen Priorität der Patentanmeldung Nr. 1511875.5 des Vereinigten Königreichs, eingereicht am 7. Juli 2015; diese Anmeldung beansprucht den Nutzen des Anmeldedatums im Vereinigten Königreich gemäß 35 U.S.C. § 119 und wird hiermit in ihrer Gesamtheit durch Bezugnahme hierin aufgenommen.

GEBIET DER ERFINDUNG

[0002] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Material, welches einen Aufbau von hochgradig kugelförmigen Partikeln ohne Vorsprünge und von einer spezifischen Porosität zur raschen Gassorption für die Verwendung in Lautsprechern umfasst.

HINTERGRUND DER ERFINDUNG

[0003] Wie in der US20130170687A1 und US8794373B1 beschrieben, kann die Anwendung einer Luft adsorbierenden Struktur im geschlossenen Gehäuse (hinteres Volumen) eines Lautsprechers die Schallemission im Niederfrequenzbereich signifikant verbessern. Geformte Polsterungen wie Granulate oder Monolithe, die aus Zeolithen mit einer spezifischen Porosität bestehen, haben sich als ein besonders geeignetes Material erwiesen.

[0004] Die in der US20130170687A1 und US8794373B1 beschriebenen Materialien weisen mehrere Nachteile auf. Die in der US8687836B1 beschriebene dreidimensionale monolithische Struktur muss an die Geometrie des geschlossenen Gehäuses angepasst werden. Diese Anpassung könnte nicht praktikabel sein, insbesondere im Fall von kleinen und komplexen Geometrien des hinteren Volumens. Solche kleinen und komplexen Geometrien des hinteren Volumens finden sich oft in mobilen Vorrichtungen. Es ist daher vorteilhafter, zwecks erhöhter Flexibilität, diese Geometrien mit einem granulösen Material zu füllen, wie in der US20130170687A1 beschrieben. Unregelmäßig geformte Granulate mit scharfen Kanten besitzen jedoch eine geringe Fließfähigkeit und können durch Abrieb Staub produzieren, wie beispielsweise in der WO1995018675A1 beschrieben.

[0005] Im Gegensatz zu solchen unregelmäßig geformten Granulaten weisen Kugelchen eine Anzahl von Vorteilen auf. Die Kugelchen weisen einen höheren Grad an mechanischer Robustheit auf, wie in (Krasii, B. V., V. B. Maryshev, und T. S. Kustova. „Comparison of mechanical strength of reforming catalysts of different geometry.“ [Vergleich der mechanischen Festigkeit von Reformierungskatalysatoren unterschiedlicher Geometrien] *Catalysis in Industry* 1.4 (2009): 364-366. oder US20100196213) beschrieben. Die Kugelchen enthalten keine scharfen Kanten, welche zu Abrieb und Staubbildung führen können, wie in (ASTM D 4058-87, „Standard Test for Attrition and Abrasion of Catalysts and Catalyst Carriers“ [Standardprüfung für Abnutzung und Abrieb von Katalysatoren und Katalysatorträgern]) beschrieben, und weisen eine verbesserte Fließfähigkeit auf (keine Verstopfung bei der Dosierung - siehe z. B. US4687672). Des Weiteren sind im Falle von monodispersen Kugelchen reproduzierbare Packungen mit definierten Leerräumen eines vorgegebenen Volumens möglich. Insbesondere die Fähigkeit der Kugelchen, unregelmäßig geformte Geometrien zu füllen, ist von Vorteil.

[0006] Im Falle von in mobilen Vorrichtungen verwendeten Lautsprechern sollten Staubbildung und Abrieb vermieden werden. Der Staub anorganischer Materialien, wie Zeolithen, kann vom Nutzer einer mobilen Vorrichtung eingeatmet werden und gesundheitsschädlich wirken. Eine solche Staubbildung kann nicht nur durch die interne mechanische Belastung bei regulärem Lautsprecherbetrieb verursacht werden, sondern auch durch äußere Stöße und Vibratoren.

[0007] Es versteht sich daher, dass ein Bedarf nach kugelförmigen Partikeln mit verbesserter Fließfähigkeit zum Füllen komplexer hinterer Volumen einer Lautsprechervorrichtung besteht, woraus eine mechanisch robuste, Staub verhütende und dichte Polsterung resultiert.

[0008] Die Offenbarung lehrt die Synthese hochgradig kugelförmiger Partikel mit einer definierten Porosität und einer hohen Abriebfestigkeit für den Gebrauch in Lautsprechern.

Figurenliste

Fig. 1: Gemäß der Beschreibung in Beispiel 5 aufgenommene Impedanzkurven.

Fig. 2: REM-Aufnahmen von gemäß der Beschreibung in Beispiel 2 produzierten Partikeln.

Fig. 3 und Fig. 4: REM-Aufnahmen von gemäß der Beschreibung in Beispiel 2 produzierten Partikeln zur Klassifizierung der Rundheit. Der durchschnittliche Durchmesser beträgt 1 mm.

Fig. 5: Schema der in Beispiel 3 verwendeten Doppeldüse.

Fig. 6: Schema der in Beispiel 3 verwendeten Druckluftvorrichtung.

Fig. 7: Satz von REM-Aufnahmen von gemäß der Beschreibung in Beispiel 3 produzierten Kugelchen.

Fig. 8: Satz von REM-Aufnahmen von gemäß der Beschreibung in Beispiel 4 produzierten Kugelchen.

Fig. 9: Mithilfe von Quecksilber-Intrusionsporosimetrie gemessene Porenvolumenverteilung.

Fig. 10: Impedanzkurven von gemäß Beispiel 3 und 4 synthetisiertem Material, die gemäß der Beschreibung in Beispiel 5 aufgenommen wurden.

Fig. 11: Den hohlen Kern zeigende Aufnahme eines gemäß der Beschreibung in Beispiel 4 produzierten fragmentierten Kugelchens.

DETAILLIERTE BESCHREIBUNG DER ERFINDUNG

[0009] Es wird bekannt sein, dass die Gasdiffusion in ein Kugelchen, im Vergleich zu anderen geometrischen Körpern desselben Volumens, wegen des minimalen Oberflächen-Volumen-Verhältnisses reduziert ist. Eine mögliche Lösung zur Erhöhung des Oberflächen-Volumen-Verhältnisses bestünde in einer Reduktion des Kugelchen-Durchmessers.

[0010] Jedoch, wie in der dem Fachmann bekannten Kozeny-Carman-Gleichung beschrieben, weist ein Festbett mit einer Vielzahl von Kugelchen kleineren Durchmessers einen höheren Druckabfall über das gesamte Festbett verteilt auf, als ein Festbett mit Kugelchen größeren Durchmessers. Andererseits sollte, insbesondere in einem Lautsprecher, der Druckabfall über das gesamte Festbett so niedrig wie möglich sein, da das Festbett ein großer für hohe Druckschwankungen der Schallwellen zugänglich sein sollte. Es wäre daher kontraproduktiv, den Kugelchen-Durchmesser zu stark zu reduzieren. Mit anderen Worten könnten die Kugelchen mit einem kleineren Durchmesser die Schallwellen daran hindern, sich durch das ganze Bett auszubreiten, was dank einer effektiven „Verflachung“ von Druckschwankungen zu einer Reduktion des erwünschten Effekts einer virtuellen Vergrößerung des hinteren Volumens führen würde.

[0011] Dieser Verflachungseffekt wurde von den Erfindern in unterschiedlichen Experimenten bestätigt. Zwei Arten der Kugelchen mit zwei unterschiedlichen Durchmessern und vergleichbaren Porositäten wurden in den hinteren Hohlraum der Lautsprechervorrichtung eingefüllt. Die elektrische Impedanz als Funktion der Frequenz wurde gemessen. Die Ergebnisse der Messungen werden als Diagramme in den **Fig. 1A** bis **Fig. 1C** dargestellt.

[0012] **Fig. 1 A** wurde mit einem leeren Hohlraum (keine Kugelchen) aufgenommen, **Fig. 1 B** mit Kugelchen von 0,4 mm Durchmesser und **Fig. 1 C** mit Kugelchen von 1 mm Durchmesser. Die Kugelchen wurden gemäß der Beschreibungen in Beispiel 1 und 2 synthetisiert und wiesen die gleiche innere Porosität auf. Die Inkorporierung der Kugelchen resultierte in einer Verschiebung einer Resonanzfrequenz hin zu niedrigeren Werten in beiden Fällen, die in den **Fig. 1B** und **Fig. 1C** dargestellt sind. Jedoch war die Verschiebung im Falle der größeren Kugelchen höher und die Dämpfung (Verbreiterung der Resonanzspitze) war niedriger. Der Durchmesser der Kugelchen sollte so groß wie möglich gehalten werden.

[0013] Jedoch hat ein größeres Kugelchen größere Längen des Diffusionsweges innerhalb eines einzelnen der Kugelchen zur Folge. Des Weiteren wird die Fläche eines Kugelchens, die für eindringende Gasmoleküle zugänglich sein soll, im Verhältnis zur Masse reduziert. Um diese negativen Auswirkungen auf die Zugänglichkeit eines Kugelchens zu kompensieren, ist es wünschenswert, die Porosität der einzelnen Kugelchen zu kontrollieren und Makroporen in die Kugelchen einzuführen. Solche Makroporen werden auch z. B. in der US8794373B1 beschrieben.

[0014] Unter Verwendung von traditionellen Verfahren zur Synthese von Zeolith-Kugelchen wie der Pflanzenbeschichtung (Tablettenbeschichtung) oder Sphäronisation (Marumerisation) lässt sich eine Kontrolle der Makroporosität schwer erreichen. Solche Verfahren führen zu einer reduzierten Sorptionskinetik (be-

hinderter Zugang für Gasmoleküle) aufgrund der dicht gepackten Oberfläche, die beispielsweise in der WO 2008/051904 A1 beschrieben ist. Die behinderte Diffusion der Gasmoleküle und damit eine verlängerte Adsorption und Desorption der Gasmoleküle machen den in der WO 2008/051904 A1 beschriebenen Herstellungsprozess ungeeignet für die Produktion von porösen Kugelchen mit einer spezifischen Porosität.

[0015] Ein bekanntes, kostengünstiges und vielseitiges Verfahren zur Herstellung geformter Polstermaterialien mit kontrollierter Porosität ist das „Gefriergießen“ (engl. „freeze casting“ oder „ice-casting“). Ein Überblick findet sich in „Controlling Porosity and Pore Size Distribution in Green Ceramic Bodies via Freeze Casting Method“ [Kontrolle der Porosität und Porengrößenverteilung in grünen Keramikkörpern mithilfe des Gefriergießverfahrens] (D. Donchev, Dissertation, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, 2005). Bei diesem Verfahren wird eine wässrige Maische eines Partikel enthaltenden Gels oder Sols gefroren und anschließend gefriergetrocknet. Nach dem Verdampfen des Eises bei niedrigen Temperaturen mittels Sublimation während des Gefriertrocknungsschrittes, führt das Entfernen der Eiskristalle zur Bildung von Kanälen und Poren in den Keramikkörpern. Die Gefriergeschwindigkeit bestimmt dabei die Größe der Eiskristalle und damit die Größe der im Endprodukt erhaltenen Kanäle und Poren.

[0016] Ein Gefrieren von einer Zeolith-Suspension umfassenden Tröpfchen und ein anschließendes Gefriertrocknen müsste daher zum gewünschten Material führen, z. B. Kugelchen mit einer kontrollierbaren Porosität.

[0017] Es war jedoch unklar, ob ein solches poröses kugelförmiges Material möglicherweise zu weich und instabil sein würde, weil Gefriertrocknen oft zu dünnen laminaren Strukturen führt, wie z. B. beschrieben in (Mandal, Biman B., et al. „Laminar silk scaffolds for aligned tissue fabrication.“ [Laminare Seidengerüste für eine ausgerichtete Gewebeherstellung] Macromolecular Bioscience 13.1 (2013): 48-58). Die in dieser Schrift offenbarten Strukturen werden als sensibel gegenüber mechanischer Belastung beschrieben. Insbesondere wurde die Ansicht vertreten, dass die Kohäsion zwischen laminaren Platten normalerweise gering ist.

[0018] Die zur Adsorption der Gaspartikel (Luft) verwendete Zeolith-Art war Silikalit 1. Die Syntheseverfahren von Silikalit 1 sind dem Fachmann bekannt und finden sich z. B. in (Kalipcilar, H., and A. Culfa. „Synthesis of Submicron Silicalite-1 Crystals from Clear Solutions.“ [Synthese von submikronen Silikalit-1-Kristallen aus klaren Lösungen] Crystal Research and Technology 35.8 (2000): 933-942.)

[0019] Die Produktion von monodispersen kugelförmigen Tröpfchen kann beispielsweise dadurch realisiert werden, dass Nano-Dosierung (unter Verwendung eines PipeJet-P9-Aufbaus der Firma Biofluidix GmbH) oder induzierter Zerfall eines laminaren Fluid-Strahls angewendet werden, wie beschrieben von (Sakai, Takeshi, und Norimasa Hoshino. „Production of uniform droplets by longitudinal vibration of audio frequency.“ [Produktion gleichmäßiger Tröpfchen durch longitudinale Vibration von Audio-Frequenzen] Journal of Chemical Engineering of Japan 13.4 (1980): 263-268.). Die durch ein beliebiges Verfahren generierten monodispersen kugelförmigen Tröpfchen können, zum Beispiel, direkt in flüssigem Stickstoff oder während des freien Falls in kalter Gasatmosphäre eingefroren werden.

[0020] Jedoch hat das Einfrieren kugelförmiger Tröpfchen wässriger Suspensionen der Zeolith-Partikel mit einem geringen Anteil an Bindemittel zu verschiedenen Problemen geführt, wie dem Brechen oder Zersplittern der kugelförmigen Tröpfchen (siehe **Fig. 2 A**). Die meisten mithilfe dieses Verfahrens hergestellten Kugelchen waren nicht perfekt, da sich Risse (**Fig. 2 B**) oder Vorsprünge (**Fig. 2 C**) in oder auf den Kugelchen bildeten.

[0021] Diese Mängel wurden beim Gefrieren von Tröpfchen reinen Wassers in verschiedenen Publikationen beobachtet, z. B. (Takahashi, C. „Deformation of frozen water drops and their frequencies.“ [Verformung gefrorener Wassertropfen und deren Frequenzen] J. Meteor. Soc. Japan 53 (1975): 402-411.). Wie beschrieben von Johnson, D. A., und J. Hallett. „Freezing and shattering of supercooled water drops,“ [Gefrieren und Zersplittern unterkühlter Wassertropfen] Quarterly Journal of the Royal Meteorological Society 94.402 (1968): 468-482). Der Grund für diese Mängel liegt in der Ausdehnung des Wassers beim Gefrieren. Beim Gefrieren eines (flüssigen) Tropfens wird zunächst eine feste äußere Hülle gebildet. Diese Eiskapsel enthält einen flüssigen Kern, der sich während des Gefrierens ausdehnt und einen enormen Druck im Kugelchen aufbaut, welches die Eiskapsel bildet, was zu Rissen, Brüchen oder der Bildung von Vorsprüngen führt.

[0022] Im Allgemeinen ist der Gefrierprozess eines einzelnen Tröpfchens sehr komplex und daher nicht leicht zu kontrollieren, weil der Gefrierprozess von einer Vielzahl von Parametern abhängt, wie beispielsweise der Wärmeleitfähigkeit eines flüssigen oder gefrorenen Fluids (wie einer Suspension aus Wasser, Polymer-Bindemittel und Zeolith), der Wärmeübertragung vom Tröpfchen in die Umgebung über ein rotierendes oder nicht rotierendes Tröpfchen oder Konvektionsströme im Tröpfchen. Die Erfinder konnten nicht vollständig erklären,

wann das Zersplittern oder die Bildung von Vorsprünge auftreten würden. Die Erfinder konnten jedoch eine Zunahme von nicht-kugelförmigen Tröpfchen mit zunehmender Größe (Volumen) der Tröpfchen feststellen (erhöhtes Verhältnis von Volumen zu Oberfläche).

[0023] Die vorgenannten Mängel, wie Spitzen, Vorsprünge und Risse führten zu verschiedenen Nachteilen bei der Produktion (z. B. mangelhaftes Produkt) und in den Anwendungen (z. B. Fließfähigkeit) des perlenförmigen Materials. Ein Nachteil, der bei der Verwendung des perlenförmigen Materials beobachtet wurde, tritt in einer Lautsprechervorrichtung zutage. Der Abbau und Abrieb der scharfen Kanten, Spitzen oder Vorsprünge kann zur Bildung von Staub führen, der die menschliche Lunge schädigen kann. Eine solche Staubentwicklung sollte vermieden werden, insbesondere im Falle von Lautsprechern in Handgeräten.

[0024] Einige Ansätze zur Minimierung dieser Mängel wurden von den Erfindern untersucht, darunter ein postsynthetischer Abrieb scharfer Kanten, eine Variierung der Viskosität der ursprünglichen Suspension sowie der Gefriertemperaturen und Gefrierzeiten. Die Erfinder stellten fest, dass eine Vermeidung der Mängel unter Verwendung der vorstehend beschriebenen Techniken des Standes der Technik nicht möglich war.

[0025] Die Injektion von Gas in die flüssigen Tröpfchen mittels einer koaxialen Doppeldüse müsste die beschriebenen Herausforderungen überwinden, da Gas wesentlich komprimierbarer ist als eine Flüssigkeit. Da-her müsste eine geringe Menge eines vorzugsweise im Zentrum eines Tröpfchens angeordneten Gases den Druckaufbau im Verlauf des Gefrierprozesses kompensieren. Jedoch führt eine Injektion des Gases mithilfe bekannter Verfahren zu ziemlich dünnen Wänden der Flüssigkeit und einem hohen Volumen des eingeschlossenen Gases im Vergleich zum Gesamtvolume des Kügelchens, vergleichbar mit Seifenblasen. Derart dünnwandige Bläschen würden einen geringen Anteil von Zeolith-Partikeln im finalen Festbett zur Folge haben, wodurch der Effekt der Verjüngung von Druckschwankungen in der Lautsprechervorrichtung abgeschwächt würde.

[0026] Überraschender Weise wurde festgestellt, dass die Injektion geringer Gasmengen unter Verwendung eines akustischen Nahfeldes möglich war. Die Erfinder fanden heraus, dass vollkommen runde, monodisperse und hochgradig poröse Kügelchen mit einem hohen Zeolith-Anteil erhalten werden, wenn eine geringe Gasmenge über ein akustisches Nahfeld in einen laminaren Strom einer Zeolith-Maische injiziert wird, gefolgt von einem Gefrieren und einem nachfolgenden Gefriertrocknen der monodispersen Tröpfchen. Die Verwendung dieser hochgradig porösen Kügelchen ohne Vorsprünge führte zu einem akustischen Luft adsorbierenden Material mit verbesserten Eigenschaften. Dies war unvorhersehbar und ist so trotz der weichen Beschaffenheit des hochgradig porösen gefriergetrockneten Materials. Die Wahrscheinlichkeit von Staubbildung ist reduziert im Vergleich zu Kügelchen, die Vorsprünge enthalten.

[0027] Die Tatsache, ob eines der runden Partikel, wie oben dargestellt, kugelförmig ist oder nicht, kann innerhalb eines Konfidenzintervalls festgestellt werden, und zwar unter Verwendung von Fotografien oder bevorzugter von Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen (REM), wie in **Fig. 8** dargestellt. In einer REM-Aufnahme sind jedoch lediglich etwa 50 % der Oberfläche von Partikeln sichtbar. Daher gehen wir davon aus, dass ein Partikel kugelförmig ist mit einer Wahrscheinlichkeit von mindestens 50 %, wenn die folgenden drei Bedingungen erfüllt sind:

[0028] In der ersten Bedingung wird die REM-Aufnahme als zweidimensionale Projektion erachtet, obwohl die REM-Aufnahme nützliche Informationen über deren dreidimensionale Struktur und Morphologie enthält. Daher wird die erste Bedingung folgendermaßen formuliert: I) Wenn ein Partikel von einem Kreis dergestalt überlagert wird, dass die Partikelprojektion den Kreis vollständig ausfüllt und der Kreis den maximal möglichen Radius aufweist, sollte der außerhalb des Kreises befindliche Bereich der Partikelprojektion weniger als 20 % der Kreisfläche betragen.

[0029] In der zweiten Bedingung werden dreidimensionale Informationen der REM-Aufnahme genutzt. Diese zweite Bedingung lautet wie folgt II: Die Gaußsche Krümmung der gesamten in der Aufnahme sichtbaren Oberfläche muss positiv sein auf einer Längenskala von 1/30stel des Durchmessers des unter der Bedingung **1** beschriebenen perfekten Kreises, was bedeutet, dass er nicht von einer Oberfläche mit einer ausschließlich positiven Gaußschen Krümmung unterschieden werden kann mit einer optischen Auflösung von 1/30stel des Durchmessers des unter Bedingung **1** beschriebenen perfekten Kreises.

[0030] Die Gaußsche Krümmung wird definiert durch $K=1/r_1 \times 1/r_2$, worin r_1 und r_2 die Hauptkrümmung definieren. Eine negative Gaußsche Krümmung bezieht sich auf hyperbolische Punkte, in denen die Oberfläche örtlich wie ein Sattel geformt ist.

[0031] In der dritten Bedingung werden zweidimensionale Informationen der REM-Aufnahme genutzt. Die dritte Bedingung lautet III) Die Kontur des projizierten Partikels muss dergestalt gekrümmmt sein, dass die Mitte jedes „Krümmungskreises“ immer innerhalb der Projektion und niemals außerhalb der Projektion liegt auf einer Längenskala von 1/30stel des Durchmessers des Kreises unter der Bedingung 1.

[0032] **Fig. 3 A** zeigt ein exemplarisches Partikel. Es ist offensichtlich, dass der Bereich außerhalb des in **Fig. 3 B** dargestellten Inkreises wesentlich größer ist als 20 % der Oberfläche des Inkreises. Das Partikel wird daher als nicht-kugelförmig definiert, da es die Bedingung I) nicht erfüllt.

[0033] **Fig. 4 A1** zeigt ein Partikel mit mehreren sichtbaren sattelförmigen Oberflächen, die von einem hauptsächlich in Richtung des Betrachters weisenden Vorsprung verursacht sind. Manche sattelförmigen Oberflächen sind in **Fig. 4 A2** weiß markiert. Das Partikel wird daher als nicht-kugelförmig definiert, da es die Bedingung II) nicht erfüllt.

[0034] **Fig. 4 B1** zeigt ein Partikel, dessen Projektion es gestattet, an dessen Kontur anliegende Krümmungskreise zu zeichnen; die Mitte dieser Kreise liegt außerhalb der Partikelprojektion. Einer dieser Krümmungskreise ist in **Fig. 4 B2** dargestellt. Daher ist dieses Partikel als nicht-kugelförmig definiert.

[0035] **Fig. 4 C1** zeigt ein Partikel, welches als kugelförmig definiert ist, trotz des Bereiches außerhalb eines Kreises, der gemäß den unter III) definierten Bedingungen gezeichnet wurde (**Fig. 4 C2**), weil der sich außerhalb des Kreises befindende Bereich weniger als 20 % der Fläche der Partikelprojektion ausmacht.

[0036] Wenn alle drei Bedingungen erfüllt sind, wird das Partikel mit einer Wahrscheinlichkeit von mindestens 50 % als kugelförmig erachtet.

[0037] Ein Aufbau von Partikeln wird als in angemessenem Ausmaß funktionstüchtig im hinteren Volumen einer Lautsprechervorrichtung erachtet, ohne zu viel Staub zu generieren, wenn mindestens 75 % der Partikel entsprechend der vorstehend beschriebenen Definition kugelförmig sind.

[0038] Für einen Aufbau von Partikeln gilt, dass er 25 % nicht-kugelförmige Partikel innerhalb eines vorgegebenen Konfidenzintervalls aufweist, wenn eine aus n Partikeln bestehende Kontrollprobe eine bestimmte Anzahl an nicht-kugelförmigen Teilchen aufweist. Da die Wahrscheinlichkeit der Entdeckung eines nicht-kugelförmigen Partikels bei 50 % vermutet wird, werden die Wahrscheinlichkeiten p folgendermaßen berechnet

$$p = \binom{n}{z} \cdot 0,125^z \cdot 0,875^{(n-z)},$$

wobei n die Partikelanzahl in der Kontrollprobe und z die Anzahl von beobachteten nicht-kugelförmigen Partikeln ist.

[0039] Beispiele für theoretische Wahrscheinlichkeiten p (auf zwei Stellen gerundet) zur Beobachtung von z nicht-kugelförmigen Partikeln in einer Probe von n Partikeln, welche aus 75 % kugelförmiger Partikel und 25 % nicht-kugelförmiger Partikel besteht, werden in der folgenden Tabelle angeführt.

[0040] Für n = 10:

z	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
p	0,26	0,38	0,24	0,09	0,02	0	0	0	0	0	0

[0041] Für n = 100:

z	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
p	0,01	0,02	0,03	0,05	0,	0,10	0,11	0,12	0,12	0,12	0,10
						07					
						0,08					
z	16	17	18								
p	0,06	0,05	0,03								

z	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29
p	0,02	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

[0042] Die Wahrscheinlichkeit, weniger als X oder X nicht-kugelförmige Partikel in einer Kontrollprobe von N Partikeln einer Charge mit 25 % nicht-kugelförmigen Partikeln zu beobachten, wird daher folgendermaßen ermittelt

$$p = \sum_{z=0}^X \binom{N}{z} \cdot 0,125^z \cdot 0,875^{(N-z)}$$

umfasst.

[0043] Die folgende Tabelle zeigt die Wahrscheinlichkeiten p und 1-p für unterschiedliche Werte von X und N:

N	X	p	1-p * 100
10	0	0,26	73,69
100	1	2,4E-5	99,998
100	2	1,6E-4	99,98
200	2	1,1E-9	99,9999999
200	4	7,9E-8	99,99999
200	6	2,2E-6	99,999

[0044] Ein Beispiel. Wenn eine Kontrollprobe von 200 Partikeln untersucht wird, und wenn weniger als 7 Partikel (**6, 5, 4, 3, 2, 1 oder 0** Partikel) nicht kugelförmig sind, dann liegt die Wahrscheinlichkeit, dass die gesamte Probe weniger als 25 % nicht-kugelförmiger Partikel enthält, bei mindestens 99,999 %.

[0045] Es kann vorteilhaft sein, einen monodispersen Aufbau von Partikeln anzuwenden, wobei der Begriff „monodispers“ wie in der vorliegenden Offenbarung verwendet sich auf eine Ansammlung von Partikeln bezieht, die im Wesentlichen die gleiche Größe, Form und Masse aufweisen.

[0046] Der Begriff „mikroporös“ wie in der vorliegenden Offenbarung verwendet bezieht sich auf Poren mit einem Durchmesser kleiner als 2 nm. Der Begriff „makroporös“ wie in der vorliegenden Offenbarung verwendet bezieht sich auf Poren mit einem Durchmesser größer als 50 nm.

Experimentelle Ergebnisse

Beispiel 1:

[0047] 40 g eines Pulvers aus Zeolith-Silikat-1 wurden unter Verwendung eines Hochschermischers in 30 g Wasser dispergiert, um eine Suspension zu bilden. Der pH-Wert der Suspension wurde unter Verwendung einer Lösung von 4 M Natriumhydroxid auf 9,5 eingestellt. 10 g eines Polymerbindemittels (z. B. einer alkalischen Polyacrylat-Suspension auf Wasserbasis mit 30 % Feststoffanteil) wurden hinzugefügt und gründlich vermischt, wodurch eine stabile Zeolith-Polymer-Suspension erhalten wurde. Homogene Tröpfchen der Suspension mit einem Durchmesser von 0,4 mm wurden unter Verwendung eines PipeJet P9 (der Firma Biofluidix) produziert und direkt in Flüssigstickstoff eingefroren, nach einer Fallentfernung von 30 cm in Umgebungsluft. Nach dem Einfrieren wurden die Kugelchen im Vakuum gefriergetrocknet bis der Feuchtigkeitsgehalt weniger als 3 % betrug. Das Volumen eines Kugelchens entspricht etwa 34 nl.

Beispiel 2:

[0048] Es wurde das gleiche Verfahren wie in Beispiel 1 gewählt, jedoch wurde der Durchmesser der Tropfen auf 1 mm eingestellt, indem die Suspension aus einer Kapillare ohne einen Piezoaktuator getropft wurde.

[0049] Das Volumen der Tropfen betrug etwa 520 nl.

Beispiel 3:

[0050] Die gemäß der Beschreibung in Beispiel 1 produzierte stabile Zeolith-Polymer-Suspension wurde in ein 250 ml fassendes, mit Druck beaufschlagtes Glasgefäß gefüllt und mit dem Gehäuseeinlass **1** einer konzentrischen Doppeldüse (**Fig. 5**) verbunden, deren äußere Düse **2** einen Durchmesser von 0,6 mm aufweist. Der Druck wurde mithilfe eines Druckreglers hoher Präzision in Schritten von 5 mbar erhöht, bis ein stabiler laminarer Einzelstrahl der Suspension erreicht wurde (Durchfluss etwa 24 g/min). Der Einlass **3** der Kerndüse **4**, welche einen Durchmesser von 0,1 mm aufweist, wurde an den Auslass **5** einer Druckluftvorrichtung (**Fig. 6**) angeschlossen, wobei ein Druckregler hoher Präzision an den Einlass **6** angeschlossen wurde.

[0051] Der Luftdruck wurde erhöht, bis Luft aus der Innendüse **4** austrat und den laminaren Strom des Suspensionsstrahls zerstörte. In einem zweiten Schritt wurde der Luftdruck in Schritten von 5 mbar reduziert, bis keine Luft mehr aus der Düse austrat und der Strahl wieder laminar war. Der Lautsprecher **7** wurde eingeschaltet und über einen Funktionsgenerator mit einer Sinuswelle wechselnder Frequenz betrieben. Der Abstand zwischen der Lautsprechermembran und der Kerndüse **4** betrug weniger als 30 cm, und war daher innerhalb des Nahfeldes von generierten Druckwellen von etwa 700 Hz. Wenn die Frequenz des Lautsprechers **7** in der Druckluftvorrichtung mit dem Exponentialhorn **8** mit der natürlichen Zerfallsfrequenz des laminaren Flüssigkeitsstrahls von etwa 700 Hz übereinstimmte und die Leistung hinreichend hoch war, wurden einzelne Tröpfchen mit einem kleinen, mit Gas gefüllten Hohlraum generiert. Nach Passieren einer Hochspannungs-Ringelektrode (Durchmesser: 2 cm, Spannung: 3 kV), welche die ausgerichtete Tröpfchenkette auffächerte, wurden die Tröpfchen in Flüssigstickstoff eingefroren, wie in Beispiel 1. Die auf ihren Oberflächen induzierte Ladung hinderte die Partikel daran, sich im flüssigen Zustand zu vereinigen, während sie auf dem Flüssigstickstoff schwebten. Nach dem vollständigen Einfrieren wurden die hohen Kugelchen im Vakuum gefriergetrocknet bis der Feuchtigkeitsgehalt 3 % oder weniger betrug. Das trockene Produkt wurde zwischen zwei Sieben (0,9 mm und 1,1 mm) gesammelt.

[0052] Eine Füllmenge von 100 ml dieser Partikel wurde mithilfe eines Karg-Instruments Modell ADP ermittelt und gewogen. Die Dichte wurde auf 310 kg / m³ berechnet. Das Verfahren wird in ISO 697 im Detail erklärt.

Beispiel 4:

[0053] Wie in Beispiel 3 beschrieben, jedoch wurden die Tropfen, nachdem sie die Hochspannungs-Ringelektrode passiert hatten, in einem zylindrischen Kaltgasbehälter aus EPS von 3 Metern Höhe und einem Innen-Durchmesser von 60 cm eingefroren, welcher dadurch gekühlt wurde, dass hinreichend viel Flüssigstickstoff von oben in den Behälter gesprührt wurde, dass die Temperatur im Behälter -180 °C nicht überstieg. Unterhalb des Behälters wurden die Tropfen in einem Flüssigstickstoff-Bad gesammelt. Die gefrorenen hohen Kugelchen wurden gefriergetrocknet und gesiebt, wie in Beispiel 3 beschrieben.

Beispiel 5:

[0054] Das Messen der elektrischen Impedanz ist ein Verfahren, das dem Fachmann sehr bekannt ist. Die Auswirkung der Partikelgröße wird gezeigt für einen zylindrischen hinteren Hohlraum mit einem hohen Länge-Durchmesser-Verhältnis von 10:1, zusammen mit einem kleinen Lautsprecher, welcher derzeit gewöhnlich in Mobilvorrichtungen eingesetzt wird. Die in Beispiel 1 und 2 mit zwei unterschiedlichen Durchmessern synthetisierten kugelförmigen Partikel wurden in ein zylindrisches hinteres Volumen (0,5 ccm) mit einem Innen-Durchmesser von 4 mm und einer Länge von 40 mm eingefüllt. Die Messung wurde unter Verwendung eines Aufbaus durchgeführt, wie er beispielsweise für das Programm LIMP verwendet wurde, was unter <http://www.ortalabs.hr> sowie in der US20130170687A1 auffindbar ist. Das in Beispiel 2 und 4 synthetisierte Material wurde in einem kubischen hinteren Volumen (0,5 ccm) gemessen.

Diskussion

[0055] Es wurde die Injektion eines kleinen, mit Gas gefüllten Hohlraums in einen aus einer Zeolith-Suspension bestehenden Tropfen beschrieben. Es wird angenommen, dass das komprimierbare Gasvolumen in dem flüssigen Kugelchen in der Lage ist, den Druckanstieg auszugleichen, der durch die Volumenzunahme der sich ausdehnenden und hin zur Mitte eines Kugelchens wachsenden Eishülle während des Gefrierens verursacht wird. Das komprimierbare Gas verhindert auf diese Weise die Bildung von Vorsprüngen (flüssige Suspension, die durch das sich ausdehnende Eis gezwungen wird, den unter hohem Druck stehenden Kern zu verlassen) oder das Zerbrechen der Kugelchens. Das injizierte Gasvolumen kann sogar so gering sein, dass der Druckanstieg den Hohlraum so stark komprimiert, dass das finale Kugelchen fest und ohne Hohlraum erscheint. Dies

kann angesichts der Fähigkeit von Zeolith verstanden werden, erhöhte Mengen von Gas mit ansteigendem Druck zu adsorbieren.

[0056] Wie in der US4671909 beschrieben, kann die Injektion von Luft in die Mitte eines laminaren Flüssigkeitsstrahls dazu führen, dass einzelne Tropfen mit eingeschlossenem Gasvolumen (Bläschen) entstehen. Die Aufgabe der Erfindung in der US4671909 besteht jedoch darin, eine koaxiale Düse dazu zu nutzen, eine dispergierte und einen Partikelfilm bildende Komposition zu blasen, um hohle grüne Mikrokügelchen mit gleichmäßig dünnen Wänden zu bilden.

[0057] Die Verwendung von hochkonzentrierten Zeolith-Suspensionen im offenbarten Verfahren unserer Erfindung hat nicht zu stabilen Bläschen geführt, wahrscheinlich wegen dieser dünnen Wände. Des Weiteren müssen die Wände - im Gegensatz zur US4671909 - eher dick sein, um genug Adsorptionsmaterial zur Verfügung zu stellen. Das Volumen des Gashohlraums sollte weniger als 30 % des Gesamtvolumens ausmachen, denn ein höheres Verhältnis des Gasvolumens zum Flüssigkeitsvolumen kann nicht nur zu instabilen Bläschen mit dünnen Wänden führen, sondern auch zu einem hohen Totvolumen, z. B. ungenutztem Raum im finalen gepackten Bett im hinteren Hohlraum einer Lautsprechervorrichtung.

[0058] Für Adsorptionsprozesse in räumlich beengten Umgebungen, wie im hinteren Hohlraum eines Lautsprechers einer mobilen Vorrichtung, muss das eingebrachte Gasvolumen daher hinreichend gering sein, um den Leerraum im hinteren Volumen so gering wie möglich zu halten und eine hohe Ladung mit Gas absorbierendem Material, wie z. B. Zeolith, entsprechend zu garantieren. Daher bestand die Herausforderung darin, das Gasvolumen im Kügelchen drastisch zu reduzieren.

[0059] Überraschenderweise haben Schallwellen im Nahfeld eine signifikante Reduktion des Hohlraumvolumens im Kügelchen ermöglicht. Das Schallfeld hat dazu beigetragen, Gasblasen von der Innendüse zu lösen und hat es ermöglicht, vergleichsweise geringe Gasvolumen in einen laminaren Flüssigkeitsstrahl zu injizieren, die weniger als 13 % des gesamten Bläschenvolumens einnehmen. Die periodische Freigabe der Gasblasen wurde an die natürliche Zerfallsfrequenz des laminaren Flüssigkeitsstrahls angepasst, was zu monodispersen, einzelnen hohlen Tröpfchen mit einem einzigen kugelförmigen und mit Gas gefüllten Hohlraum führte.

[0060] Es wurde herausgefunden, dass der Hohlraum in der Nähe der Mitte des Kügelchens zentriert war und während des Gefrierprozesses sich weder zur Oberfläche hin bewegte noch das Bläschen verließ. Dies war ein überraschendes Ergebnis, da davon ausgegangen wurde, dass durch die Beschleunigung des fallenden Tropfens, zum Beispiel beim Eintritt in die kalte Stickstoff-Gasatmosphäre mit einer höheren Dichte oder beim Aufprall auf die Flüssigstickstoff-Oberfläche, die Position des Gashohlraums sich verschieben würde. Der Terminus „Beschleunigung“ sollte dabei im physikalischen Sinne verstanden werden, z. B. als jede Veränderung einer gleichmäßigen Bewegung, wie beispielsweise eine Verlangsamung oder Richtungsänderung.

[0061] Die Erfinder der US4279632A stellen hinsichtlich der Produktion von hohlen Kügelchen in einer Umgebung der Schwerelosigkeit fest: „Der Körper kann in einer im Wesentlichen schwerelosen Umgebung erhalten werden, um Tendenzen von etwaigem in einem kugelförmigen Körper befindlichem Gas vorzubeugen, darin aufzusteigen, und dazu beizutragen, Verfälschungen zu vermeiden, die vom am Körper vorbei strömenden Wind verursacht werden, wenn er sich im Freien Fall in einer 1 g Schwerkraft-Umgebung befindet.“ Die Erfinder der vorliegenden Anmeldung waren nicht in der Lage zu erklären, ob die Stabilisierung der kleinen Gasblase innerhalb des Tropfens möglicherweise durch elektrostatische Abstoßungseffekte oder durch eine Zunahme der Viskosität aufgrund von Verdampfung unterstützt wird.

[0062] Es war nicht vorhersehbar, dass das Gefrieren der hohlen Tröpfchen in Flüssigstickstoff die hohle Struktur nicht zerstören würde und dass das Kügelchen sogar während des Trocknens im Vakuum nicht auseinander brechen würde. Als Endprodukt werden im Wesentlichen runde Kügelchen (**Fig. 7**) ohne Risse und Vorsprünge erhalten.

[0063] Die akustische Leistung des durch Gefrieren von Tröpfchen in Flüssigstickstoff gewonnenen Materials muss verbessert werden. Wie Messungen mithilfe von Quecksilber-Intrusionsporosimetrie ergaben, war das Poresystem des Materials nicht ideal. Lediglich ein geringes Volumen des Gesamtvolumens war im Bereich zwischen 2 und 20 µm. Daher musste die Gefriergeschwindigkeit optimiert werden, vor dem Hintergrund der Annahme, dass eine niedrigere Gefriergeschwindigkeit zu größeren Eiskristallen und folglich zu größeren Poren führen würde.

[0064] Beispiel 4 beschreibt ein Verfahren zur Produktion von Kugelchen mit einem verbesserten Poren-System. Wie in **Fig. 8** dargestellt, sind die erhaltenen Kugelchen denen in **Fig. 7** ähnlich und sind ebenso rund und frei von Vorsprüngen. Wie jedoch in **Fig. 9** dargestellt ist, konnte der prozentuale Anteil von Makroporen erhöht werden. Das in Beispiel 4 erhaltene Material weist 22 % seines gesamten Porenvolumens im Bereich zwischen 2 und 40 μm Porenradius auf (**Fig. 9 A**) im Vergleich zu 10 % im Material, welches in Beispiel 3 erhalten wurde (**Fig. 9 B**). Die Auswirkung dieser Makroporosität auf die akustische Leistung des Materials wird für relevant erachtet, wie in **Fig. 10** dargestellt. Das Material des Beispiels 2 (**Fig. 10 A**) wurde mit dem Material mit verbesserter Porosität des Beispiels 4 (**Fig. 10 B**) verglichen, indem die elektrische Impedanz in einem 0,5 ccm großen hinteren Hohlraum gemessen wurde, gemäß einem in Beispiel 5 beschriebenen Aufbau. Die Resonanzfrequenz des verbesserten Materials wurde zu einem niedrigeren Frequenzbereich hin verschoben.

[0065] Es sollte beachtet werden, dass die Gesamtporosität beider Materialien der Beispiele 3 und 4 dieselbe ist, da dasselbe Verhältnis von Wasser zu Zeolith und Bindemittel gewählt wurde.

[0066] Nachdem die Kugelchen unter Verwendung einer scharfen Klinge gespalten wurden, kann die hohle Beschaffenheit der Partikel mittels stark vergrößerter Aufnahmen sichtbar gemacht werden (**Fig. 11**). Das verbesserte Material wies keinerlei Staubabrieb im hinteren Hohlraum während der Befüllung und des Betriebs des Lautsprechers auf. Da das Partikel einen Durchmesser von etwa 1000 μm aufweist, kann der Hohlraum von etwa 500 μm deutlich gesehen werden, wenn die optische Auflösung bei 1/30 des Partikeldurchmessers liegt, z. B. bei etwa 17 μm .

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- US 20130170687 A1 [0003, 0004, 0054]
- US 8794373 B1 [0003, 0004, 0013]
- US 8687836 B1 [0004]
- WO 1995018675 A1 [0004]
- US 20100196213 [0005]
- US 4687672 [0005]
- WO 2008/051904 A1 [0014]
- US 4671909 [0056, 0057]
- US 4279632 A [0061]

Zitierte Nicht-Patentliteratur

- Krasii, B. V., V. B. Maryshev, und T. S. Kustova. „Comparison of mechanical strength of reforming catalysts of different geometry.“ [0005]
- Mandal, Biman B., et al. „Laminar silk scaffolds for aligned tissue fabrication.“ [Laminare Seidenröhre für eine ausgerichtete Gewebeherstellung] Macromolecular Bioscience 13.1 (2013): 48-58) [0017]
- Kalipcilar, H., and A. Culfaz. „Synthesis of Submicron Silicalite-1 Crystals from Clear Solutions.“ [Synthese von submikronen Silikalit-1-Kristallen aus klaren Lösungen] Crystal Research and Technology 35.8 (2000): 933-942 [0018]
- Takahashi, C. „Deformation of frozen water drops and their frequencies.“ [0021]
- J. Meteor. Soc. Japan 53 (1975): 402-411.). Wie beschrieben von Johnson, D. A., und J. Hallett. „Freezing and shattering of supercooled water drops,“ [0021]

Patentansprüche

1. Aufbau von im Wesentlichen runden Partikeln mit einem durchschnittlichen Durchmesser zwischen 0,1 und 4 mm, mehr bevorzugt zwischen 0,3 und 2 mm und am meisten bevorzugt zwischen 0,8 und 1,2 mm, wobei die mithilfe von ISO 697 ermittelte Dichte des Aufbaus zwischen 250 kg/m³ und 400 kg/m³ liegt und wobei die im Wesentlichen runden Partikel mindestens ein mikroporöses Material umfassen und optional mindestens ein Bindemittel, wobei der Aufbau ein Porenvolumen umfasst, wobei das Porenvolumen Poren umfasst, die das Ergebnis von leerem Raum zwischen verschiedenen einzelnen der im Wesentlichen runden Partikel sind sowie von Poren, die sich innerhalb der im Wesentlichen runden Partikel befinden.
2. Aufbau nach Anspruch 1, wobei die Poren unterschiedliche Radien aufweisen und wobei, wenn das Porenvolumen Poren umfasst, die größer als 0,002 µm und kleiner als 100 µm im Durchmesser sind, mindestens 25 % aus Poren bestehen, die Radien zwischen 0,4 und 90 µm aufweisen, mehr bevorzugt zwischen 1 und 40 µm und am meisten bevorzugt zwischen 2 und 20 µm.
3. Aufbau nach Anspruch 1, wobei der Aufbau im Wesentlichen monodispers ist.
4. Aufbau nach Anspruch 1, wobei mindestens eines der im Wesentlichen runden Partikel mindestens einen Innenhohlraum innerhalb des im Wesentlichen runden Partikels enthält, wobei der mindestens eine Hohlraum mindestens 3 % und nicht mehr als 50 % des Volumens des im Wesentlichen runden Partikels einnimmt.
5. Aufbau nach Anspruch 1, wobei das mikroporöse Material rein anorganisch ist.
6. Aufbau nach Anspruch 1, wobei das mikroporöse Material ein Zeolith ist.
7. Aufbau nach Anspruch 6, wobei die Zeolithe hydrophobe Zeolithe sind, wobei die hydrophoben Zeolithe solche Zeolithe sind, die weniger als 5 % (ihrer Masse) an Wasser in einer STP (NIST) Atmosphäre mit einer relativen Luftfeuchtigkeit zwischen 30 % oder 99 % adsorbieren.
8. Aufbau nach Anspruch 1, wobei die im Wesentlichen runden Partikel Dielektrika sind.
9. Verfahren zur Herstellung eines Aufbaus von Partikeln umfassend:
Dispergieren eines Zeolith-Pulvers in Wasser, um eine Suspension zu bilden;
Hinzufügen eines Polymer-Bindemittels zur Suspension und Mischen, um eine Zeolith-Polymer-Suspension zu bilden;
Herstellen von Tröpfchen der Zeolith-Polymer-Suspension mithilfe einer konzentrischen Doppeldüse;
Ermöglichen eines Fallens der Tröpfchen in eine Flüssigstickstoff-Lösung, um die Partikel zu produzieren.
10. Verfahren nach Anspruch 9, weiterhin die Anwendung eines akustischen Feldes an den Tröpfchen umfassend während diese die konzentrische Doppeldüse passieren.
11. Verfahren nach Anspruch 10, weiterhin ein Gefriertrocknen der Partikel umfassend.
12. Verfahren zur Adsorption eines oder mehrerer Gase unter Verwendung des Aufbaus nach Anspruch 1.
13. Verfahren nach Anspruch 12, wobei das eine oder die mehreren Gase ausgewählt ist/sind aus der Gruppe bestehend aus Stickstoff und Sauerstoff.
14. Elektrische Vorrichtung, die einen Lautsprecher umfasst, wobei das hintere Volumen mit Material gefüllt ist, welches aus dem Aufbau nach Anspruch 1 hergestellt ist.

Es folgen 11 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

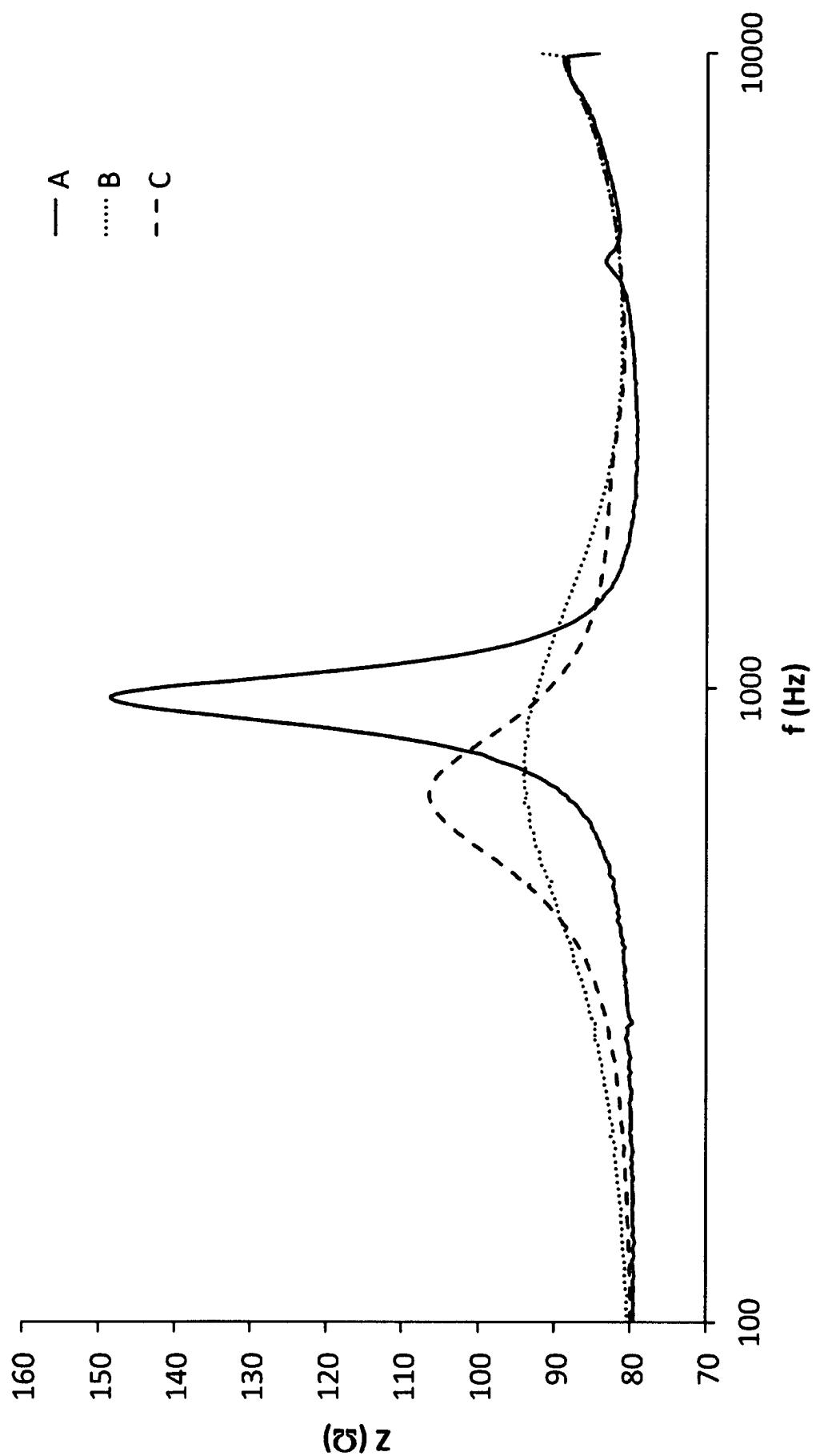


FIG. 1

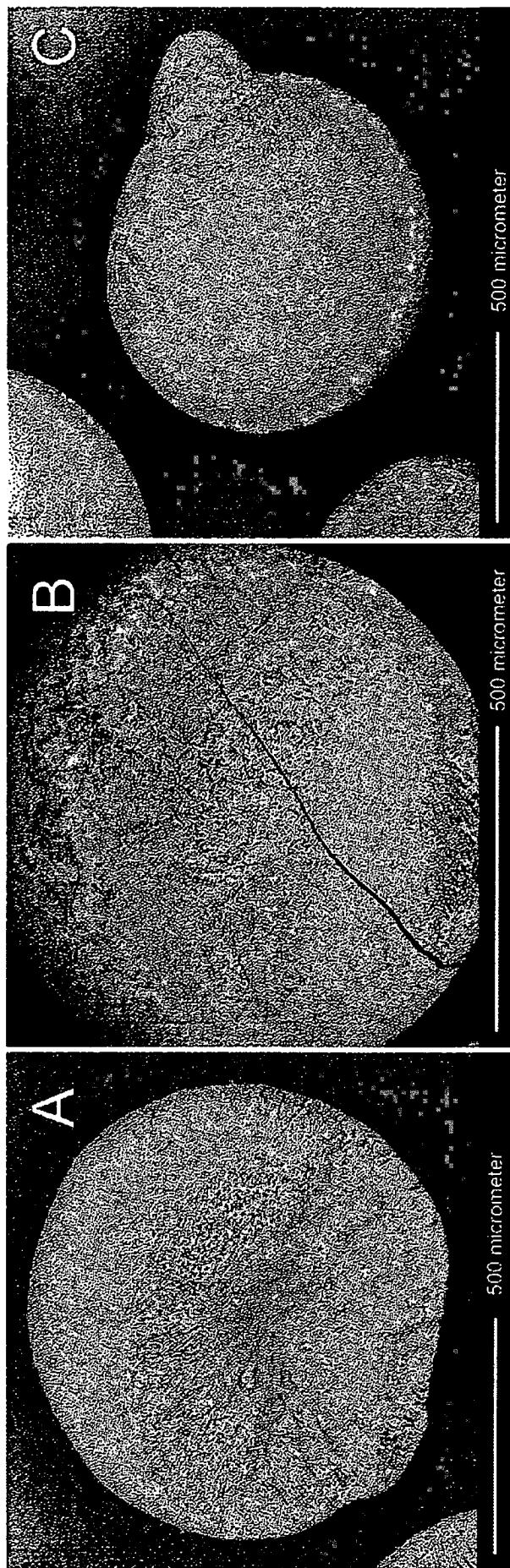


FIG. 2

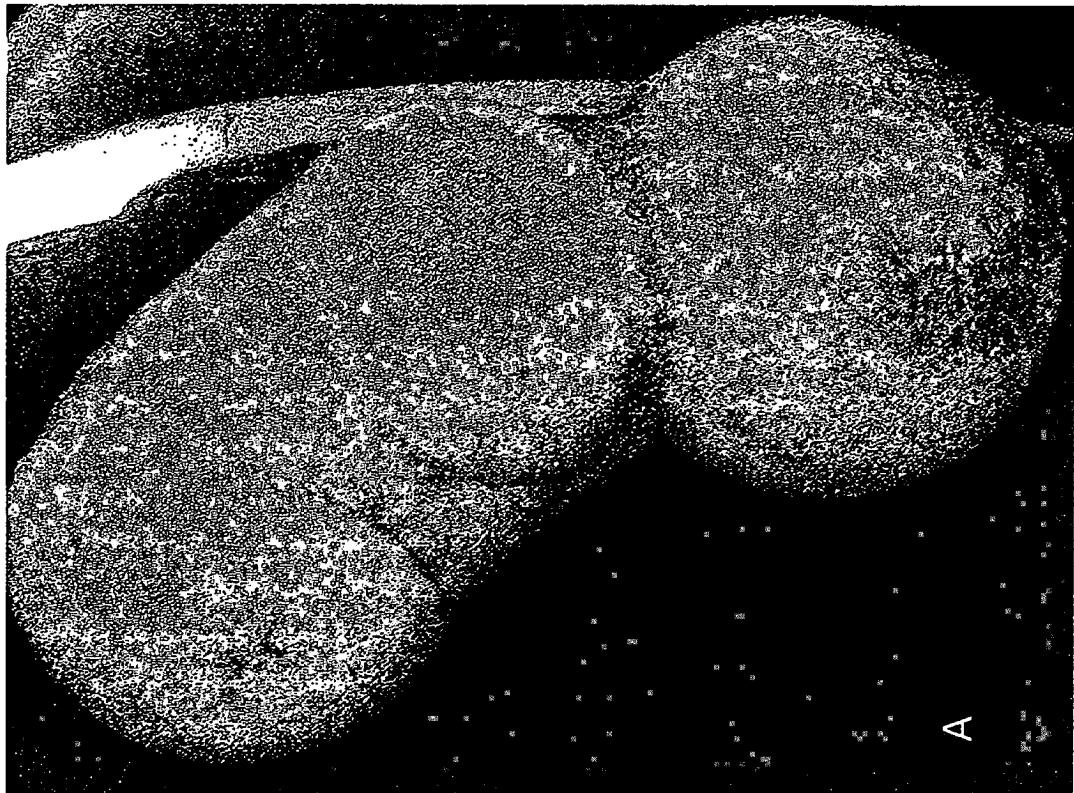
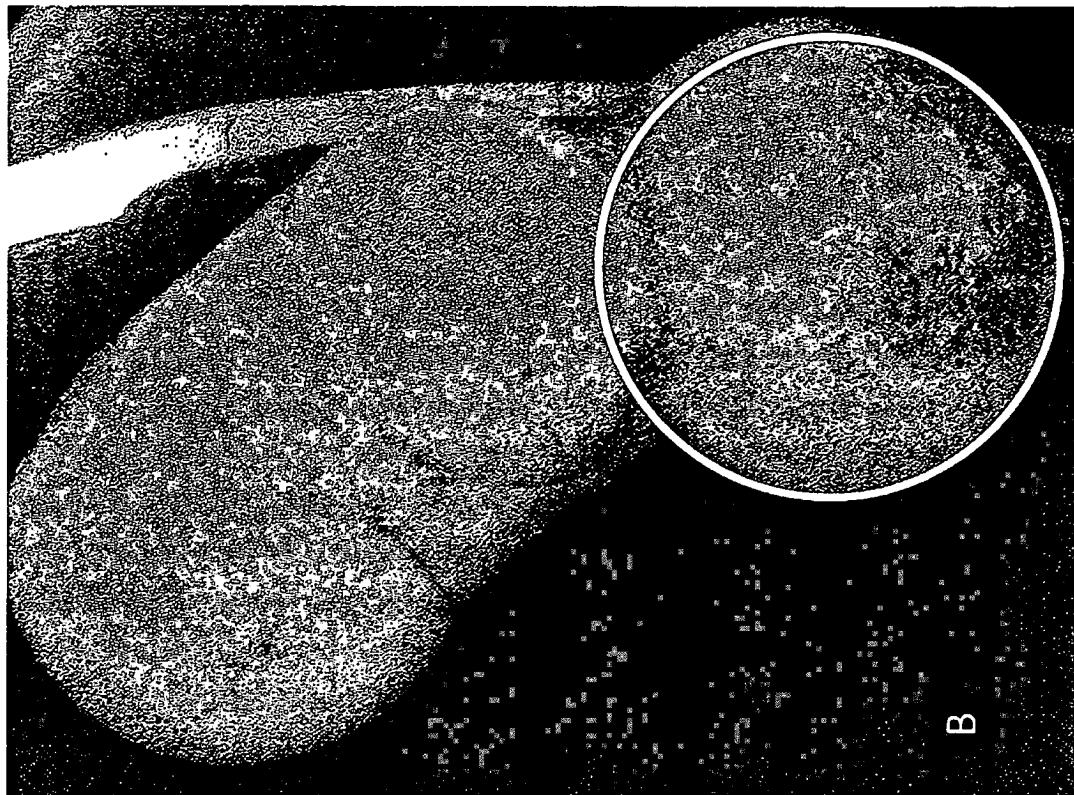


FIG. 3

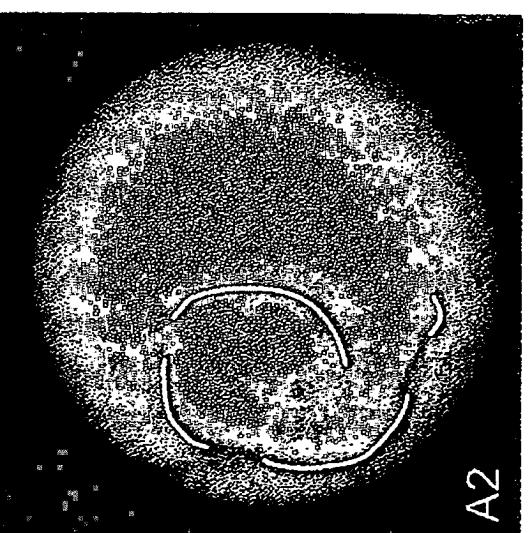
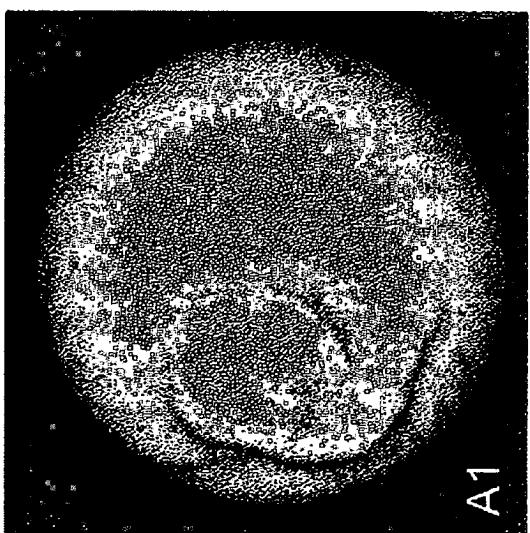
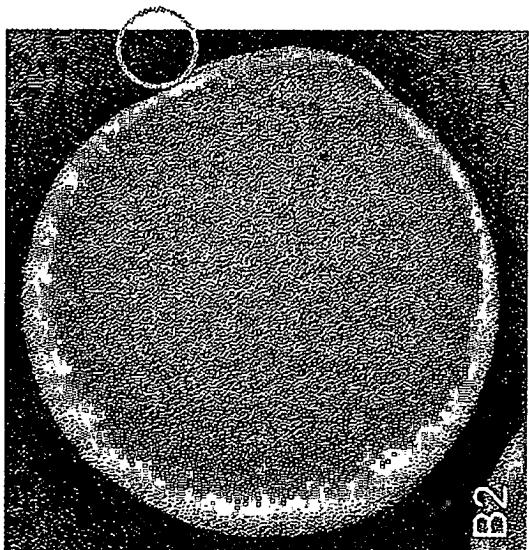
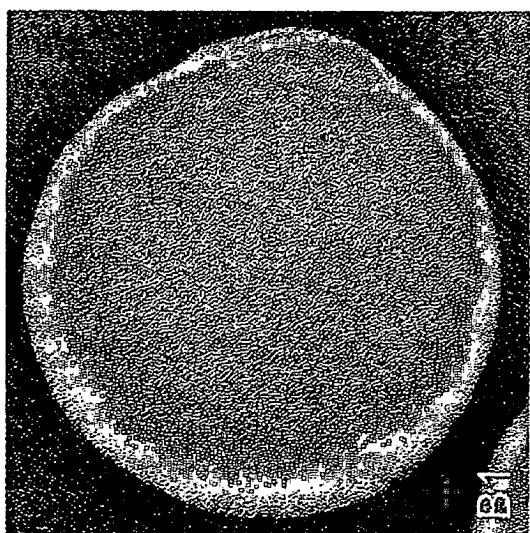
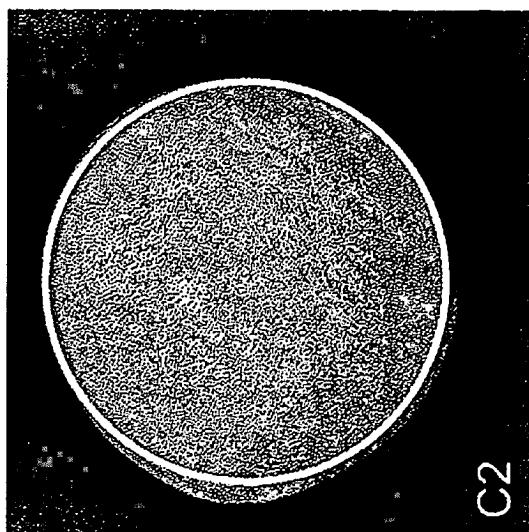
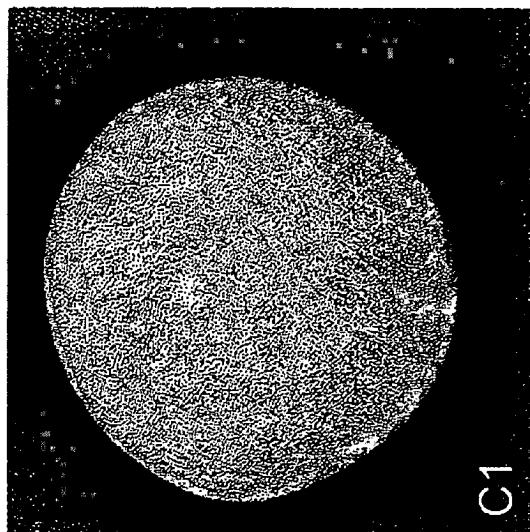


FIG. 4

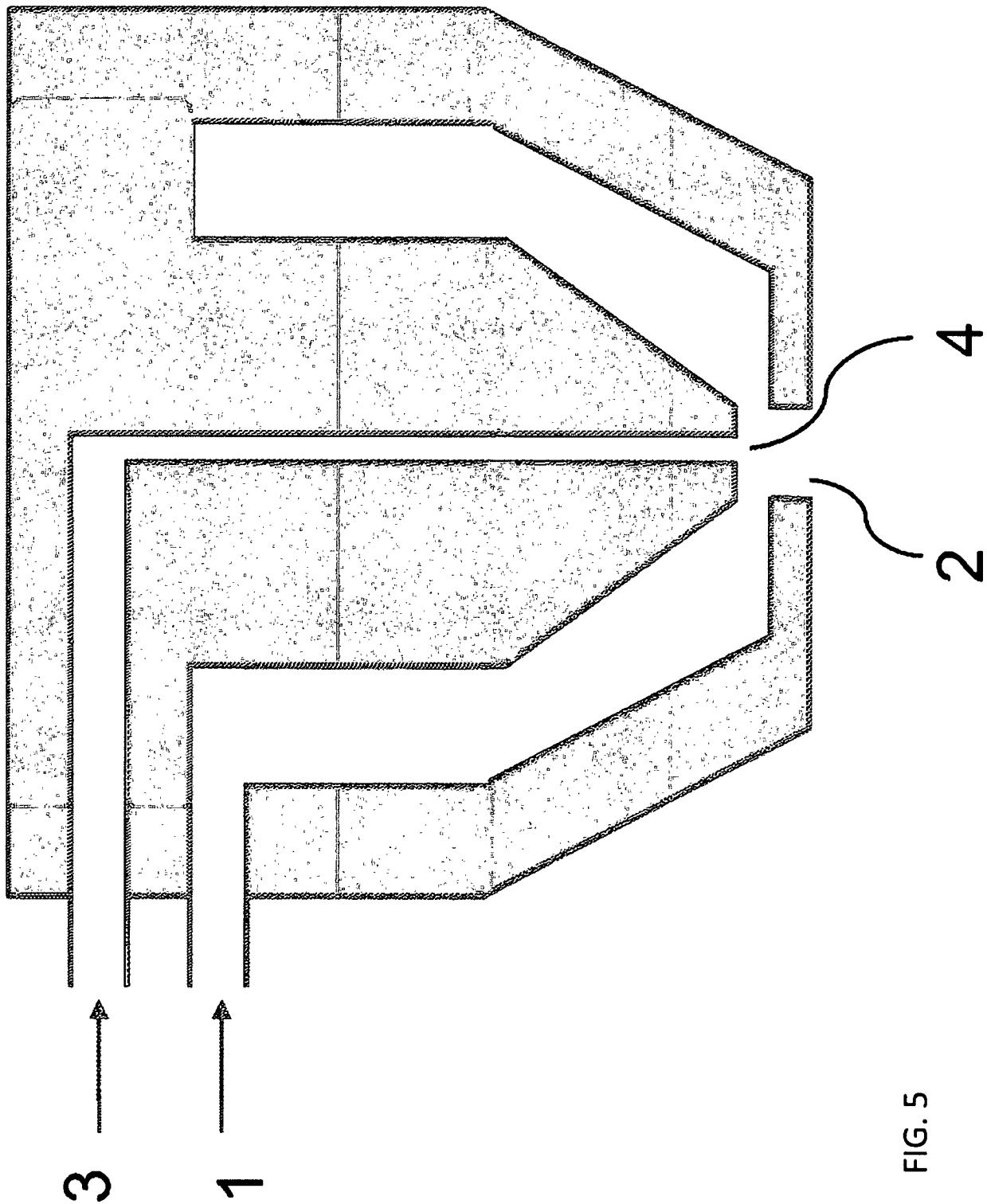


FIG. 5

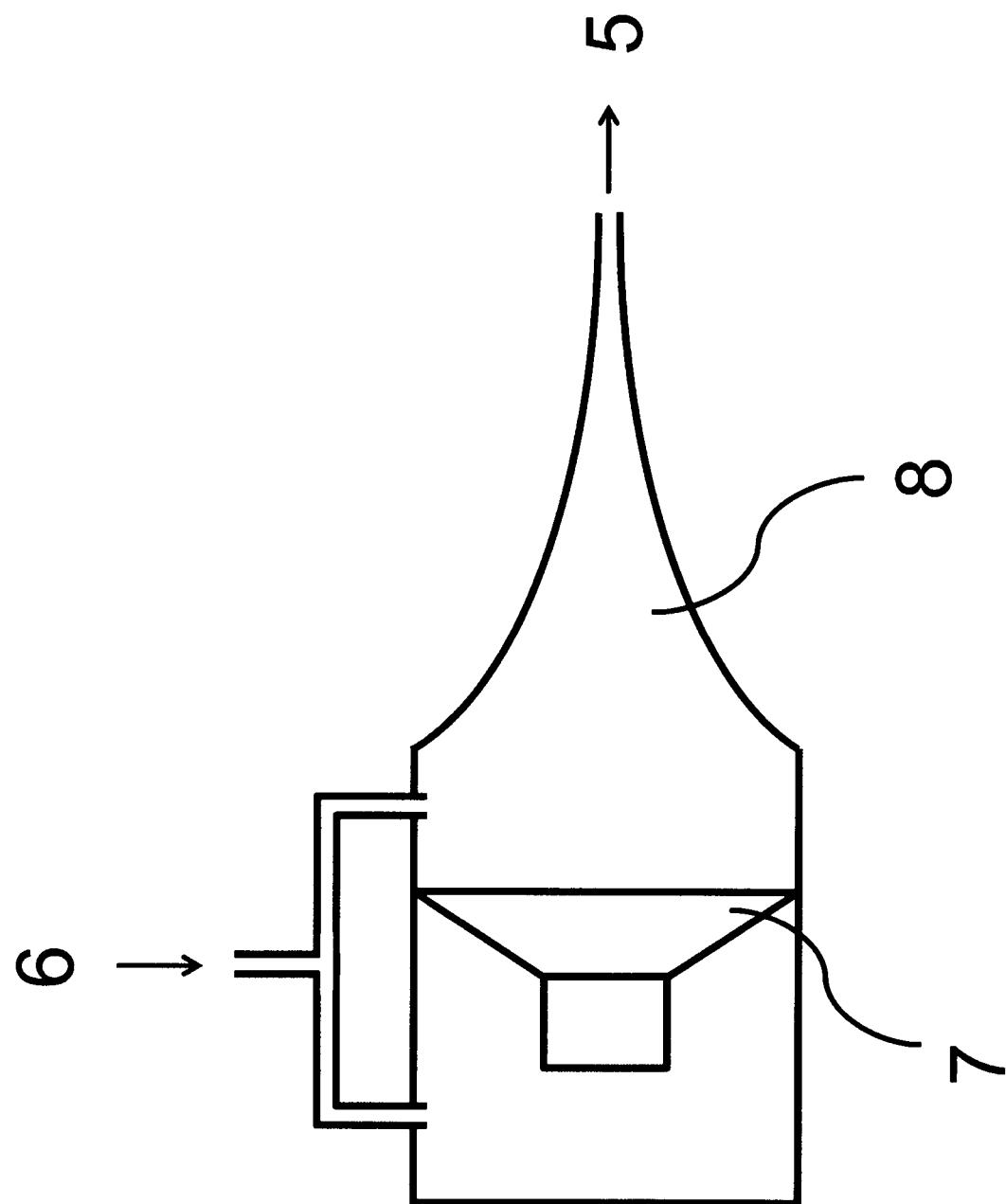


FIG. 6

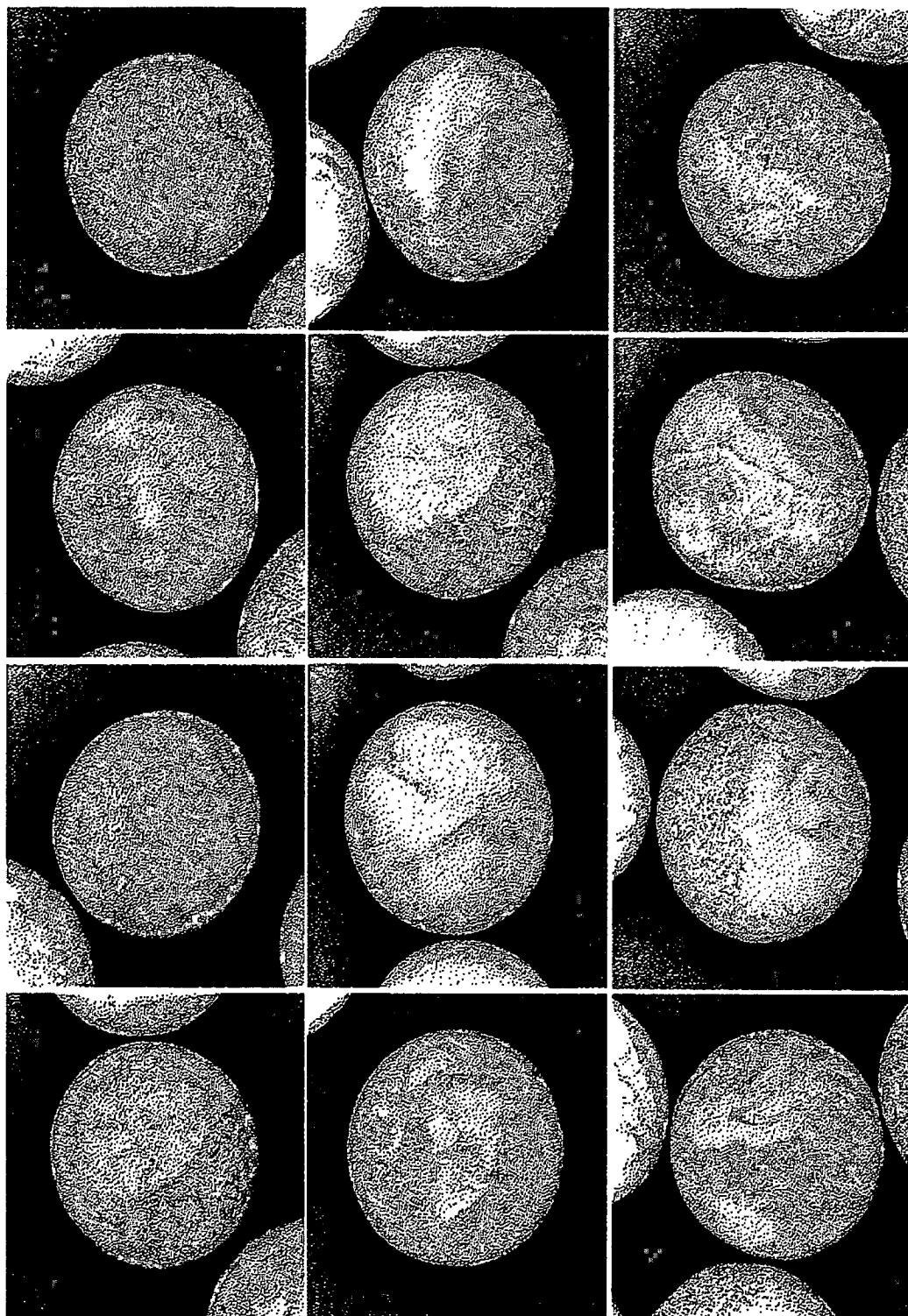


FIG. 7

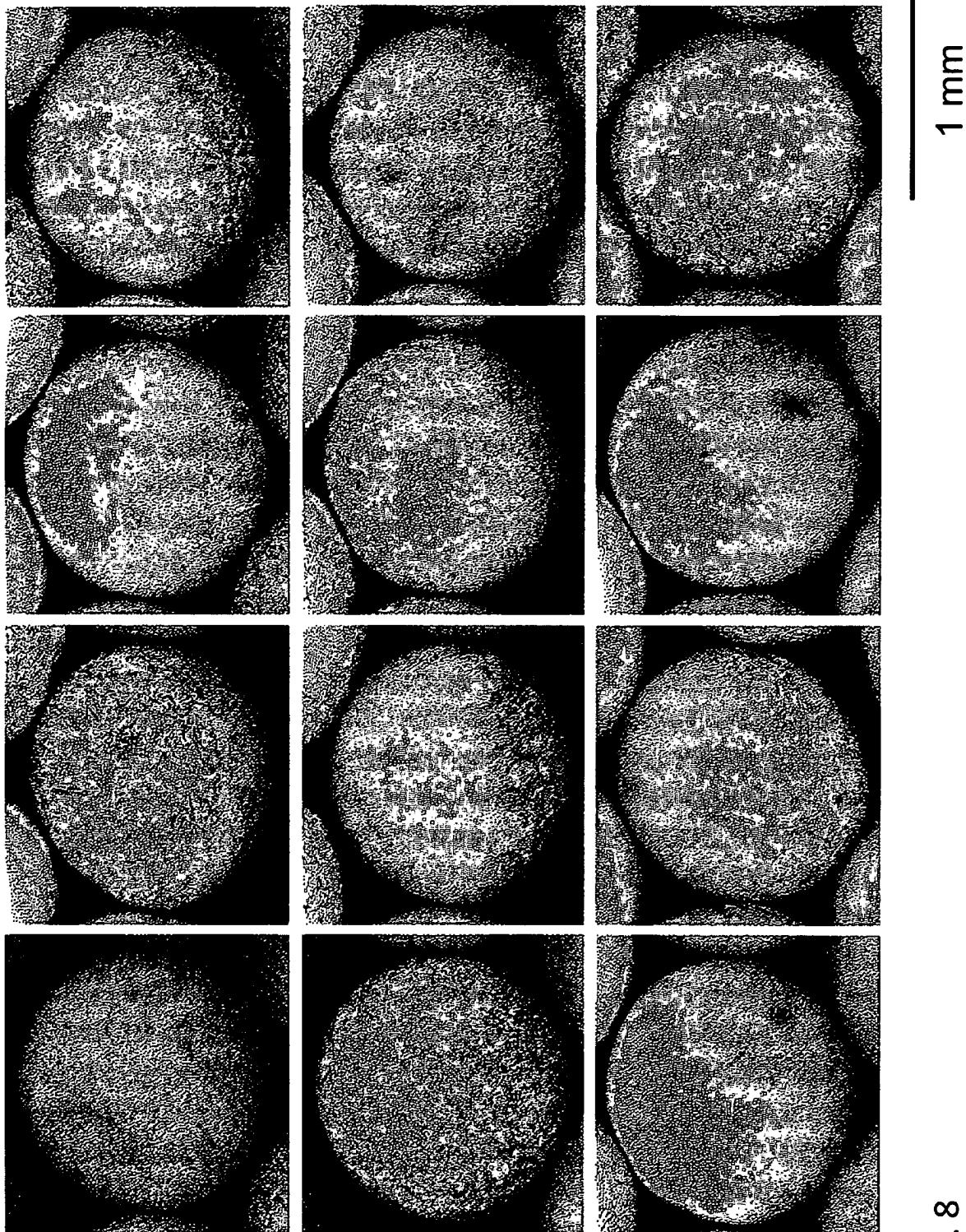


FIG. 8

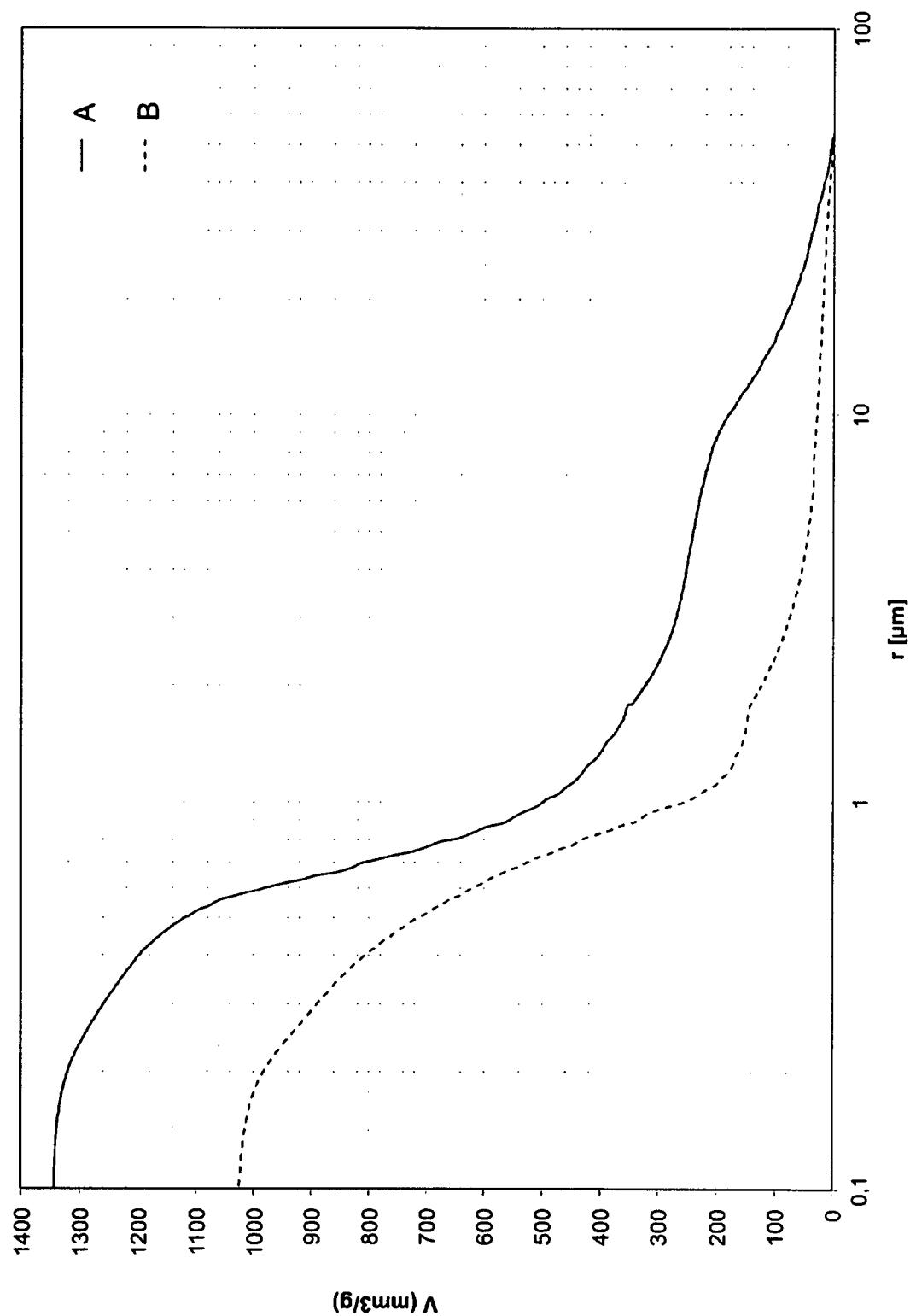


FIG. 9

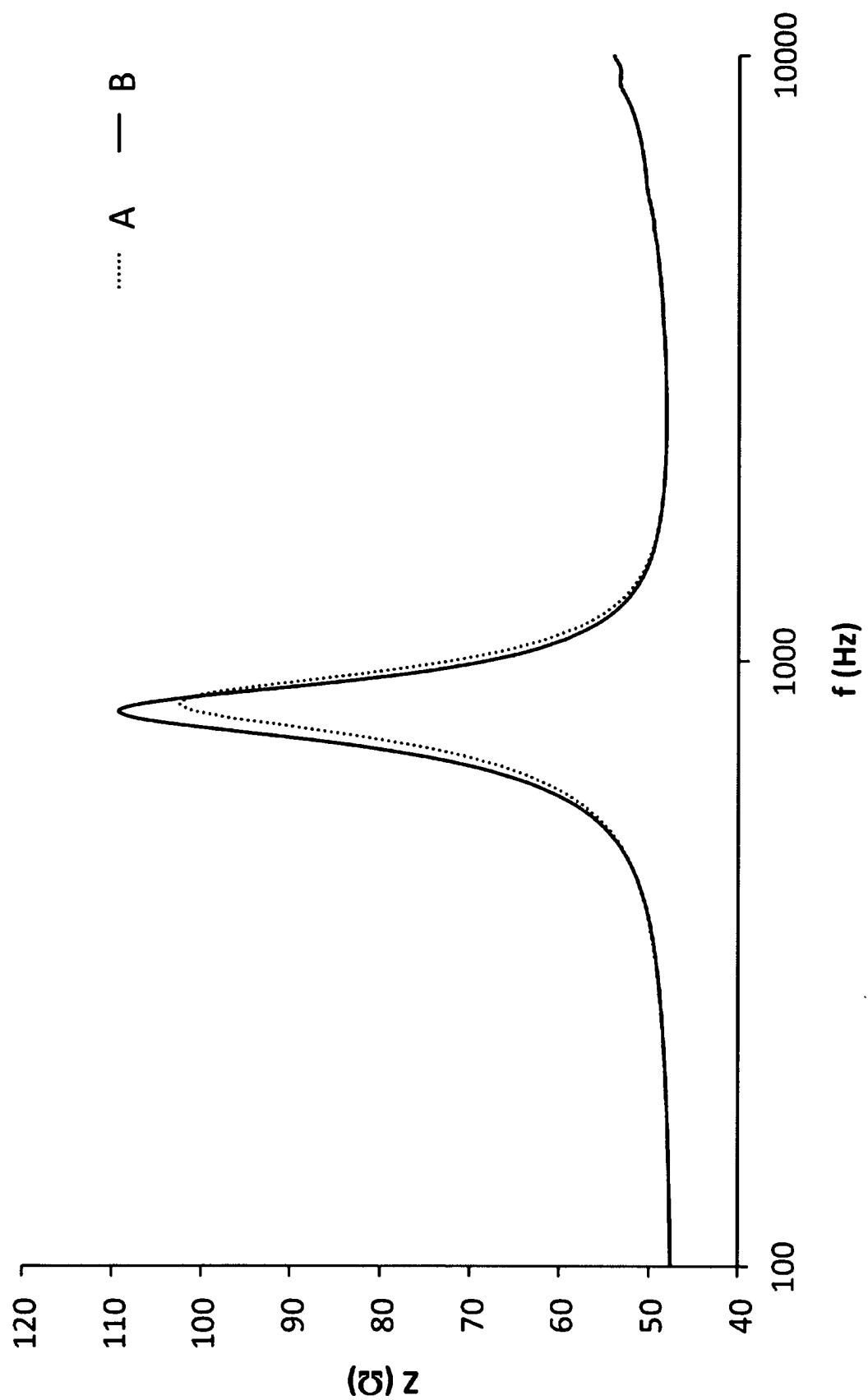


FIG. 10

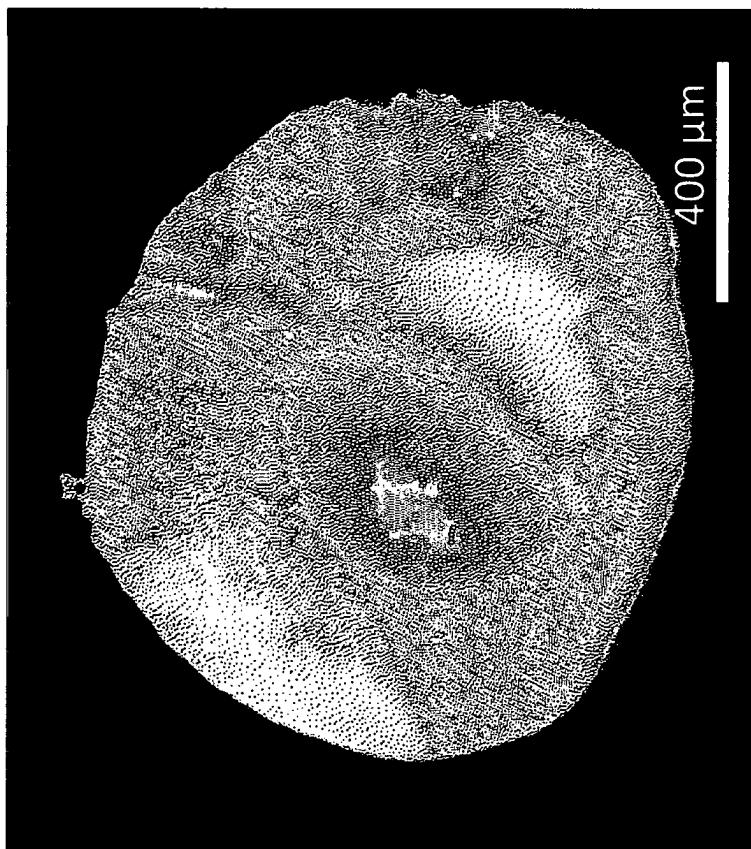


FIG. 11