

PARTIKEL

WELT

Aktuelle Fachbeiträge von Quantachrome

Ausgabe 7 • März 2008

**Zur Auswahl von Oberflächen-
und Porenmessgeräten**

Stabilität von Dispersionen

**Horus® - detaillierte Charakterisierung
des Trocknungsverhaltens dünner Schichten**

**LabSPA informiert:
Praktikumsplätze im Labor**

**Die Lösung von Messaufgaben
durch Partikelgrößenmesstechnik**





Liebe Leserinnen und Leser,

im Jahr 2008 erinnern wir uns an den Beginn einer Messmethode zur Korngrößenanalyse, deren Siegeszug von CILAS im Jahre 1968 eingeleitet wurde. Das weltweit erste kommerzielle Laserbeugungsmessgerät wurde vor nun 40 Jahren eingeführt. CILAS bestimmt seither die Entwicklung maßgeblich mit: Dispergiersysteme, mit denen auch Partikel sehr hoher Dichte in flüssiger Phase zuverlässig vermessbar sind, Ultraschall der nicht nur vor, sondern auch während (!) der Messung zur Verhinderung von Reagglomeration eingesetzt werden kann, sowie zusätzliche Informationen über die Partikelform sind jüngere Meilensteine. Warum sich die CILAS-Messtechnik zur Korngrößenanalyse in der Praxis so oft als Standard durchsetzt, lesen Sie in dieser Partikelwelt ab Seite 3.

Begrüßen möchte ich an dieser Stelle Herrn Uwe Boetcher als unseren Produktgruppenleiter FORMULACTION. Mit Messtechnik zur Charakterisierung der Stabilität von Originaldispersionen und dem Trocknungsverhalten dünner Schichten betreut er als Kolloidchemiker ein enorm praxisrelevantes Gebiet. Mit dem Slogan „TURBISCAN liefert den Beweis!“ wirbt einer unserer Kunden auf seiner Homepage für die Qualität seiner Produkte. Wir haben dem nichts hinzuzufügen: Der TURBISCAN analysiert durch Messung des durchgehenden und rückgestreuten (!) Lichts die Stabilität von Dispersionen ohne jeden verfälschenden Einfluss von Zusatzkräften, die bei der Lagerung von Dispersionen in der Praxis nicht auftreten. Nur so führen zuverlässig 100%

der Analysen von komplexen Dispersionen auch zu 100%ig unverfälschten Ergebnissen und Interpretationen und der damit verbundenen Sicherheit für Ihre Lieferanten, Ihre Kunden und für Sie. Lesen Sie hierzu ab Seite 8 in dieser Ausgabe.

Mit neuem QUANTACHROME-Design beginnt sichtbar eine weitere Etappe in unserer Erfolgsgeschichte. Wir sind bestrebt mit unserem Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse (LabSPA) noch besser für Sie da zu sein. Mit der erstmaligen Vergabe von Praktikumsplätzen sowie der Online-Bearbeitung Ihrer Auftragsanalysen profiliert sich das LabSPA als echter Partner für Auftragsanalytik und Methodenentwicklung. Hierzu finden Sie nähere Informationen auf Seite 12.

Besonders hinweisen möchte ich auf unsere Seminare (Seite 23). Zu den kostenlosen eintägigen Partikelseminaren, einem Zweitagesseminar „Dispersionen“, einem Dreitagesseminar in der schönen Stadt Weimar im November 2008 zur „Charakterisierung feindisperser und poröser Stoffsysteme“ (Teilnahme an einzelnen Tagen ist hier möglich) sowie geplanten wissenschaftlichen Seminaren (Informationen auch auf www.quantachrome.de) begrüßen wir Sie sehr gerne.

Ich wünsche Ihnen Erfolg bei der Arbeit und persönlich alles Gute,

Ihr Dr. Dietmar Klank

Inhalt

Die Lösung von Messaufgaben durch Partikelgrößenmesstechnik, Teil 1	3
CILAS-Sonderaktion	7
Stabilität von Dispersionen und ihre Untersuchung in originalem Zustand, Teil 1	8
LabSPA informiert: Praktikumsplätze im Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse	12
Neu: Online-Bestellung von Auftragsmessungen	12
Horus® - detaillierte Charakterisierung des Trocknungsverhaltens dünner Schichten	13
Sonderaktion zur weltweiten Einführung des Horus® Messgerätes ..	16
Literaturbesprechung	17
Zur Auswahl von Oberflächen- und Porenmessgeräten	18
News: Die neue Kryostat-Option des AUTOSORB-1 von 77 K bis 200 K	22
Messen und Seminare	23
Impressum	23

Die Lösung von Messaufgaben durch Partikelgrößenmesstechnik

Teil 1 : Betrachtung der 40-jährigen Entwicklung der Laserbeugung als Komplex von Messtechnik und Dispergierung

Historie

Die Gründung der High-Tech-Firma CILAS im Jahre 1966 war der Beginn des Einsatzes von Lasertechnologie in verschiedenen Bereichen, nicht zuletzt auf dem Gebiet der Partikelgrößenanalyse. Mit innovativer Lasertechnik war neben anderen Anwendungen auch die kommerzielle Korngrößenanalyse mit automatisierter optischer Lasermesstechnik möglich geworden. Aufbauend auf theoretischen Grundlagen, die von Fraunhofer, Mie u.a. Jahrzehnte zuvor entwickelt wurden, begann eine Messmethode ihren Siegeszug, die zu schnellen Ergebnissen der Korngrößenmessung über einen großen Messbereich führte.

Bereits damals stand die Aufgabe, den Messvorgang mit einer Dispergiereinheit zu koppeln, um die tatsächliche Primärpartikelgrößenverteilung zu erhalten. Die Möglichkeit der Dispergierung stellte einen weiteren Vorteil der Methode gegenüber den konventionellen Sieben dar, welche der Laserbeugung zum endgültigen Durchbruch verhalf. Aus diesem Grund hatte CILAS als Vorreiter auf dem Gebiet der Lasergranulometrie bereits von Beginn an die Messgeräte mit integrierten Ultraschallbädern zur Probendispergierung ausgestattet; d.h. dieses Merkmal ist bei Laserbeugungsgeräten mit Nassdispergierung Standard seit 40 Jahren!

Die ersten Lasergranulometer waren seinerzeit die Lösung von CILAS auf die speziellen Bedürfnisse der Baustoffbranche. Das waren vor allem eine schnelle und einfache Messung von Chargen bei Zementmühlen mit großem Durchsatz, die mit der zeitaufwendigen Sedimentation oder Siebung



Abbildung 1 Lasergranulometer CILAS 1180LD



Abbildung 2 CILAS 1180LD mit Nassdispergierung



Abbildung 3 CILAS 1180LD mit Trockendispergierung

nicht realisierbar war. Darüber hinaus müssen Zemente und andere Baustoffe aufgrund ihres Abbindeverhaltens in nichtwässrigen Medien, z.B. Alkoholen, dispergiert werden. Auch wenn die Messgeräte seinerzeit noch nicht mit einer automatischen Alkoholaufbereitungsanlage ausgestattet waren, so konnte doch sehr schnell das Medium ausgetauscht werden und die Methode sich dementsprechend auch bei dieser Anwendung durchsetzen. Nicht nur in der Baustoffbranche, sondern sehr schnell in anderen Industrien mit hohen Probendurchsätzen, wurden die neuen Messgeräte zur Produktüberwachung eingeführt. Lasergranulometrie und CILAS-Lasergranulometer sind zu Synonymen geworden, die CILAS-Lasermesstechnik zum Standard in vielen Laboratorien (Abbildungen 1-3).

Beispiel einer Entscheidungsfindung

Der aktuelle Stand der Messtechnik und das seit langem von CILAS in Messgeräte umgesetzte Know-how lässt sich am besten an Anwendungsbeispielen zeigen. Das soll in diesem Beitrag auch anhand einer Veröffentlichung [1] erfolgen, welche auf dem Weltkongress für Feuerfestmaterialien (UNITECR '07) in Dresden im Jahr 2007 vorgestellt wurde (Abbildung 4).



Abbildung 4
Proceedings des 10. Weltkongresses
„United European Refractories meet the world“
UNITECR '07, Dresden 2007

Der Beitrag „Globales Produktkonzept für kalzinierte und reaktive Aluminiumoxide und die Harmonisierung der Partikelgrößenmessung“ wurde von Almatis veröffentlicht, einem weltweiten Anbieter von Aluminiumoxiden (Feuerfestmaterialien, Keramik und Polierprodukte) mit Produktionsstätten in Deutschland, USA, China, Niederlande, Indien und Japan. Beschrieben wird das 2005 gestartete Projekt der Auswahl von Partikelmesstechnik zur weltweiten Harmonisierung dieser Messmethode innerhalb des Unternehmens. In dem Bericht wird ausgeführt, dass wesentliche Kriterien bei der

Entscheidung für einen bestimmten Anbieter waren:

- **Genauigkeit und Reproduzierbarkeit** der Ergebnisse,
- Tag-zu-Tag- sowie Region-zu-Region-**Wiederholbarkeit**,
- Möglichkeit der **automatischen Detektion** von monomodalen, bimodalen und multimodalen Partikelgrößenverteilungen,
- vollständige Deagglomeration, d.h. optimale integrierte Dispergiereinheit soll zu **vollständiger Überführung von Agglomeraten** in Primärpartikel für die messtechnische Erfassung führen,
- **Robustheit** und **Bedienerfreundlichkeit**,
- **Globale Präsenz und Service** durch den Lieferanten,
- **Langzeitverfügbarkeit von Ersatz- und Zubehörteilen**, Reaktionszeit des Service,
- **Verfügbarkeit von Messgeräten** vor der endgültigen Entscheidung für ausgedehnte Tests,
- Referenzen,
- Preis für die zu bestellenden Messgeräte einschließlich Serviceverträge.

Almatis entschied sich nach intensiven Tests in Produktionsstätten in Ludwigs-hafen/D und Bauxite/USA für das Lasergranulometer CILAS 1064L mit integriertem Ultraschallstab! Damit hat sich aktuell gezeigt, dass CILAS nicht nur vor 40 Jahren die kommerzielle Laserbeugungsmesstechnik zur Korngrößenanalyse eingeführt hat, sondern mit bewährter Messtechnik hinsichtlich

Qualität und Flexibilität weiterhin führende Lasergranulometer zur Partikelgrößenanalyse liefert!

Hervorzuheben ist, dass bei der Entscheidungsfindung praktische Geräteanforderungen an die Applikation den Ausschlag gaben. Dieser Ansatz ist sehr zu begrüßen, da in anderen Fällen sekundäre bzw. für manche Anwendungen rein theoretische Fragestellungen oftmals bei der Auswahl eines Messgerätes eine zu große Rolle spielen. Anstatt die Anzahl von Detektoren, deren Winkel, Wellenlängen und alle möglichen Kniffe zur Erweiterung des Messbereichs der Laserbeugung in den Nanometerbereich in den Mittelpunkt zu stellen, wurden bei Almatis für die Entscheidungsfindung ausgedehnte Tests der praxisrelevanten Proben als Maßstab der Entscheidung herangezogen. Nur damit kommen die Dinge mit ins Spiel, welche anhand von Gerätebroschüren und theoretischen Abhandlungen kaum prüfbar sind: Die Dispergiertechnik als Grundlage der Messung von Primärpartikeln bei agglomerierten Proben, diverse (notwendige!) mathematische Glättungsalgorithmen und -faktoren sowie das Know-how des Lieferanten bei der Lösung von komplexen Messaufgaben. Dass feine Partikel aufgrund



Abbildungen 5-9
Beispiele von Anwendungsgebieten für CILAS-
Partikelgrößenmessung, wie Farben, Lacke, Pigmente,

ihrer größeren spezifischen Oberfläche und den van-der-Waals'schen-Wechselwirkungen meist stärker agglomerieren, ist anerkanntes Wissen (Abbildungen 5-9). Bei solchen Messaufgaben im Rahmen einer Geräteentscheidung reichen Theorien über alle in Betracht zu ziehenden Parameter der Messung (Messbereiche, Messgrenzen, Detektoren usw.) meist nicht aus. Zu wenig berücksichtigt werden oft die vorhandenen (oder fehlenden!) Dispergiermöglichkeiten eines Messgerätes sowie das Design des gesamten Dispergiersystems, um Agglomerate erst einmal in die zu messenden feinen Primärpartikel im Messstrahl zu überführen. In der vorliegenden Arbeit wurden hierzu unterschiedliche Aluminiumoxide untersucht:

- schmale und breite Partikelgrößenverteilungen,
- mittlere und feine Partikelgrößen,
- monomodale Aluminiumoxide mit einem hohen Submikrometer-Anteil,
- bimodales und multimodales Aluminiumoxid.



Lebensmittel, Kosmetik, Katalysatoren und andere chemische Produkte, Baustoffe und keramische Pulver

Mit Hilfe des CILAS 1064L war man in der Lage, die sehr komplexe Messaufgabe für 8 verschiedene Aluminiumoxidproben vom Submikrometerbereich bis ca. 250 μm zu erfüllen. Mehrmodale, insbesondere solche mit nah beieinander liegenden Moden, sowie monomodale Verteilungen wurden jeweils als solche erkannt. Grund dafür ist, dass CILAS-Granulometer standardmäßig mit geringen Glättungsfaktoren arbeiten. Fest zusammenhaftende Agglomerate von bis zu 100 μm wurden durch die integrierte und automatisch gesteuerte Ultraschallbehandlung in die Submikrometer-Primärpartikel dispergiert und während des eigentlichen Messvorgangs an der Re-Agglomeration gehindert. Des Weiteren wird bei CILAS-Messgeräten standardmäßig mit 300 - 400 ml Flüssigkeitsvolumen gearbeitet. Dadurch ist gewährleistet, dass ausreichend Probe im Messkreislauf vorhanden ist und die Messung an dieser repräsentativen Probe mit hoher Reproduzierbarkeit erfolgt. Dies ist insbesondere für

Anwendungen in der Produktionskontrolle oder für Firmen mit mehreren Standorten extrem wichtig. Probenmengen im Bereich von nur 20 mg erweisen sich für solche Aufgabenstellungen meist als realitätsfern. Wenn der Fehler bereits bei der Gewinnung einer repräsentativen Probe beginnt, und hierbei kann eine zu kleine Probenmenge ein ausschlaggebender Faktor sein, dann läuft sämtliche Überlegung zur Umsetzung der physikalischen Theorie in effektive Messtechnik von vornherein ins Leere. Abbildung 10 zeigt die hohe Reproduzierbarkeit von Zinkoxid-Messungen mit vergleichbarer Messdurchführung: repräsentative Probennahme, Anwendung externen Ultraschalls (200 Watt) vor der Messung sowie Ultraschallbehandlung auch während der Messung (50 Watt). Additive wurden bei diesen Analysen nicht verwendet, da das mit dem DT-1200 gemessene Zetapotenzial mit 45 mV auf eine stabile Dispersion des Zinkoxids schließen lässt.

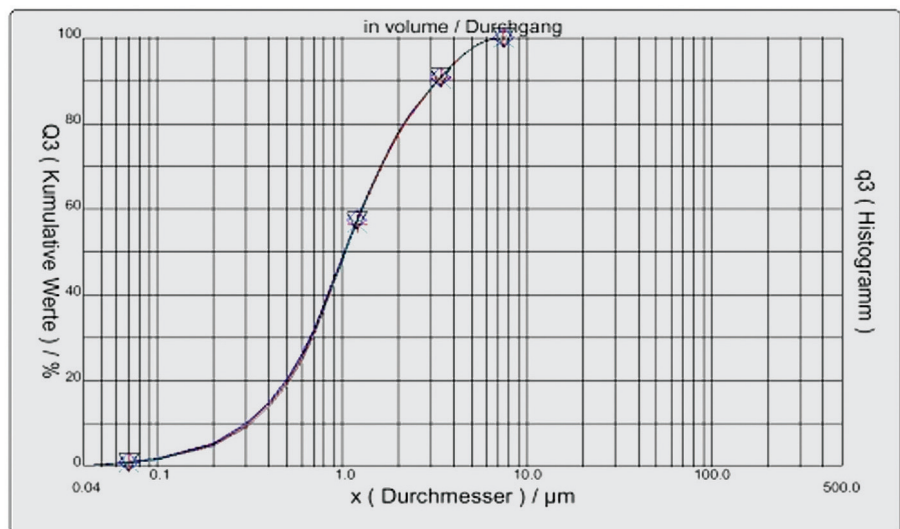


Abbildung 10 Ergebnisse des Partikelanalysators CILAS 1064L: drei Messungen von Zinkoxidproben einer Charge, dispergiert mit externem Ultraschallstab sowie angeschaltetem Ultraschallbad während der Messung



Nicht zu finden sind in Gerätebrochüren allgemeingültige Informationen darüber, ob die in einem Laserbeugungsmessgerät für die bis deutlich in den angegebenen Submikrometerbereich reichenden Partikeldurchmesser auch die für die meisten Probenarten notwendige Dispergiertechnik integriert ist. Dies lässt sich aufgrund der Vielzahl der Probenarten in Bezug auf unterschiedlich starkes Agglomerationsverhalten in unterschiedlichen Partikelgrößenbereichen nur durch entsprechende Tests bzw. die Abfrage von verschiedenen Dispergiermöglichkeiten im Rahmen einer Entscheidungsfindung einschätzen. Solche Abfragen können sein:

- Ist das Messgerät mit einem integrierten Ultraschallbad ausgestattet?
- Ist der Ultraschall auch während der Messung zur Verhinderung von Re-Agglomeration, und ohne dadurch hervorgerufene Messwertverfälschung infolge Blasenbildung einsetzbar?
- Ist das Messgerät mit einem handelsüblichen externen Ultraschallstab hoher Energie ausrüstbar und wird dessen Steuerung von der Gerätesoftware übernommen?
- Ist die Nachrüstbarkeit mit einem solchen Ultraschallstab gesichert, so dass sich bei Änderung von Produkten bzw. von Forschungsaufgaben flexibel auf neue Anforderungen reagieren lässt?

Der Beitrag zur UNITECR '07 stellt, möglicherweise erstmals in so öffentlicher Form, Erfahrungen einer internen Harmonisierung von Partikelmess-technik eines Unternehmens zur Verfügung. Somit sind praktische Erfahrungen zugänglich, die nicht nur für global tätige Konzerne, sondern auch für klein- und mittelständische Unternehmen und universitäre Forschungsgruppen für Entscheidungsprozesse auf dem Gebiet der Partikelgrößenmess-technik sehr wichtig sein können.

Die im aufgeführten Artikel erwähnten Gründe gegen den Einsatz der Sedimentationsmethode („blind“ für gröbere

Partikel, nicht anwendbar für Mischungen mit unterschiedlicher Dichte wie Aluminiumoxid-Spinellprodukte, lange Messzeiten im Submikrometerbereich) sind sicher nicht für jede Aufgabenstellung zu verallgemeinern, sollten jedoch als mögliche Bewertungskriterien in eine Entscheidungsfindung mit einbezogen werden - ebenso natürlich die Vorteile jeder Messmethode, so auch der Sedimentation. Interessant ist auch der Hinweis auf die Entscheidung zwischen Mie- und Fraunhofer-Auswertung: Die Mie-Theorie erfordert einen Imaginärfaktor für den Brechungsindex, der sich für alle Materialien unterscheidet. „No information was available from the instrument manufacturers or in literature on suitable factors and this method was not further followed.“ Dies bedeutet natürlich nicht das Rütteln an den theoretischen Grundlagen der Mie-Theorie und es wird der Mie-Auswertung damit auch nicht abgesprochen, dass sie für viele andere Anwendungen sinnvolle Ergebnisse ergeben kann. Es ist aber ein Hinweis dafür, dass nicht für jede Aufgabenstellung die Mie-Auswertung nur mit geschätzten Stoffparametern angewendet werden sollte und für viele Messaufgaben die Fraunhofer-Auswertung das Mittel der Wahl für

eine effiziente Produktkontrolle sein kann. Alle CILAS-Granulometer bieten übrigens seit langem beide Auswertverfahren (Fraunhofer und Mie) an.

Angegeben werden in der Veröffentlichung verschiedene Gründe für die Nichtberücksichtigung von Anbietern der Laserbeugungsmethode, wie teilweise Nichtplausibilität von Messergebnissen (z.B. gegenüber der spezifischen Oberfläche der Proben), allgemeine Probleme mit ungenügender Deagglomeration der Materialien sowie mühselige externe Probenvorbereitung bei sehr niedrigen Probenmengen pro Messung. Auch hier ist interessant zu vermerken, dass als Ausschlusskriterien nicht spezielle Detektorkonfigurationen, angegebene Messbereiche oder „andere Kniffe“ aus Gerätebrochüren oder Lieferantenpräsentationen hergenommen wurden, sondern sich streng an praktischen Gesichtspunkten der zu lösenden Aufgabenstellungen orientiert wurde.

Wie weitere Messergebnisse von Eisenoxid in Abbildung 11 zeigen, gibt es eine ganze Reihe weiterer Materialien, die nur mit intensiver Ultraschallbehandlung als Primärteilchen zu charakterisieren sind. Die Ergebnisse aus

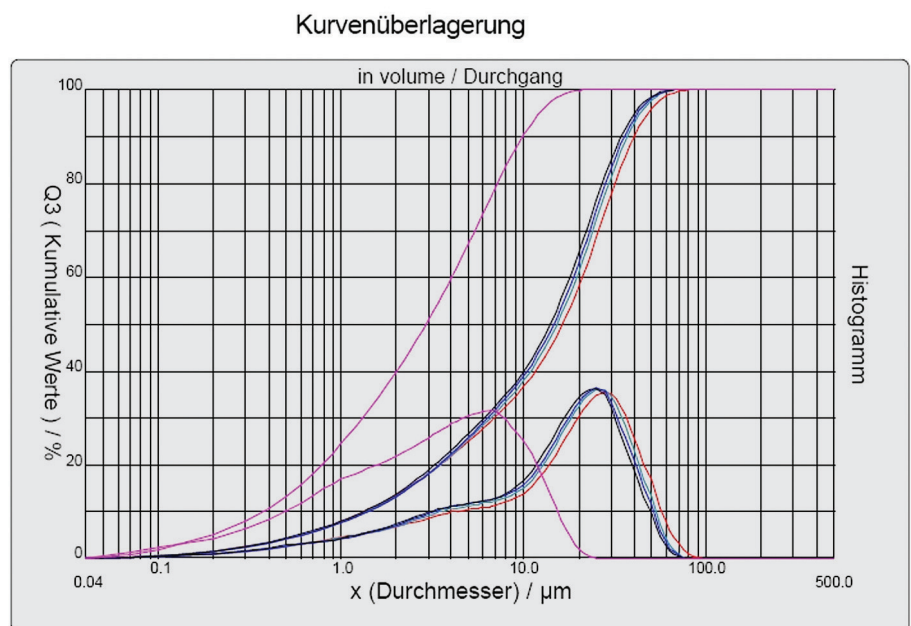


Abbildung 11 Untersuchung von Eisenoxid, Vergleich der Dispergierung mit internem Ultraschallbad (rechte Kurven) und einer stärkeren Ultraschallbehandlung mittels optional ins Messgerät integrierten Ultraschallstab

den Abbildungen 10 und 11 und die daraus abgeleiteten Schlussfolgerungen korrelieren mit den Untersuchungen diverser Aluminiumoxide. Obwohl die CILAS-Messgeräte ein internes Ultraschallbad besitzen - übrigens ohne Aufpreis - musste auch für die untersuchte Eisenoxid-Probe ein Ultraschallstab mit wesentlich höherer Energie eingesetzt werden. Diese zusätzliche Notwendigkeit für den Einsatz eines zusätzlichen starken Ultraschallstabs betrifft zwar nicht die Mehrzahl aller zu messenden Probenarten, doch muss man bei einer Reihe sehr feiner Oxide mit außerordentlich festen Agglomeraten rechnen. Mit Erfahrungen und der entsprechenden Laborausstattung ist unser Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse (LabSPA) in der Lage, solche Dispergierfragen im Rahmen von Test- und Auftragsanalytik sowie Methodenentwicklung zu lösen.

Fazit

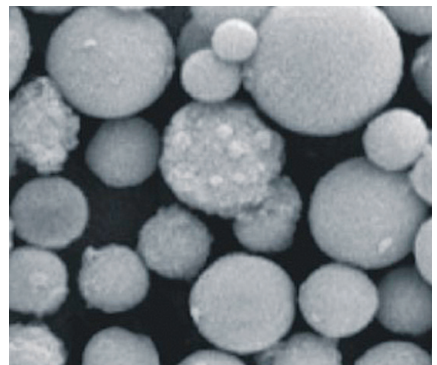
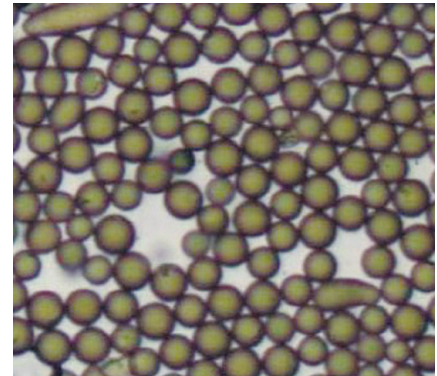
Die Entscheidung für das CILAS 1064L oder die anderen Analysegeräte der CILAS-Serie erfolgt i.d.R. nicht aufgrund „theoretischer Spitzfindigkeiten“, sondern anhand von praktischen Erfahrungen, hoher Stabilität der Messergebnisse, flexibles Reagieren auf Dispergierprobleme und guter Referenzen in vielen Bereichen. Möglich ist die Untersuchung von leicht dispergierbaren Proben bzw. Materialien ohne Notwendigkeit spezieller Dispergierung, wie Emulsionen, ebenso wie die Lösung sehr schwieriger Aufgabenstellungen. Neben Aluminium- und Eisenoxiden werden deshalb CILAS-Lasergranulometer für andere Materialien hoher Dichte, wie Wolfram und Hartmetalle, aber auch für Titan- und Siliziumdioxid, keramische Pulverkomponenten, geologische Proben, viele andere mineralische Stoffe, Kunststoffe, Emulsionen u.v.a. eingesetzt. Unter Verwendung der automatischen Alkoholaufbereitungsanlage (A.R.U.) können kostensparend insbesondere Baustoffe, wie Zemente, Putze und Kalkhydrate, sowie feine Metall-Flakes untersucht werden. Neben den besprochenen Ultraschall-

dispergiermöglichkeiten und der Alkoholaufbereitungsanlage werden zusätzliche Möglichkeiten einer Bildanalyse geschätzt. Alle CILAS-Lasergranulometer können problemlos mit einem optionalem Videomikroskop ausgestattet werden. Auf diese Weise ist, mit relativ geringem Aufpreis, eine Abspeicherung von Bildern der Partikel und deren Auswertung bzgl. Partikelform und beschreibender Parameter möglich. Abbildungen 12 und 13 zeigen zwei Proben mit fast kugelförmigen Partikeln. Während man im oberen Bild erkennt, dass einige längliche Partikel deutlich von der Kugelform abweichen, sind im unteren Bild teilweise agglomerierte Partikel zu erkennen.

Es bleibt zusammenzufassen, dass mit dem bewährten CILAS 1064L ein Messgerät zur Verfügung steht, welches nach wie vor im harten Wettbewerb - und auch gegen Geräteentwicklungen! - glänzend besteht! CILAS-Technik hat nicht nur den Siegeszug der kommerziellen Laserbeugung vor 40 Jahren begonnen, sondern offeriert noch heute Gerätemerkmale, die man bei anderen neuentwickelten Laserbeugungsgeräten vergeblich sucht.

Literatur

[1] UNITECR '07, A. Buhr, A. Friedrich, R. Kockegey-Lorenz, N. Großmann, R. Egner, T. A. Bullard, R. W. Mc Connell, W. E. Smith, Proceedings, S. 96-100



Abbildungen 12, 13
Zusatzinformationen durch optionales Videomikroskop lassen Kornformen und Agglomerate erkennen, Formfaktoren können zusätzlich berechnet werden

Sonderaktion

CILAS-Sonderaktion zum 40. Geburtstag der kommerziellen Lasergranulometrie zur Partikelgrößenanalyse

Aus Anlass der Einführung des weltweit ersten kommerziellen Lasergranulometers durch CILAS im Jahre 1968 wurden für 2008 zwei Sonderaktionen im Bereich Partikelgrößenmessung gestartet! Diese betreffen sowohl CILAS-Geräte, die bereits in die Jahre gekommen sind, wenden sich aber auch an neue Interessenten von Partikelgrößenmesstechnik. **Verwenden Sie die beiliegende Faxantwort, um von der Sonderaktion zu profitieren!**

Stabilität von Dispersionen und ihre Untersuchung in originalem Zustand

Teil 1: Grundlagen und Versionen der TURBISCAN-Messtechnik

Uwe Boetcher, QUANTACHROME GmbH & Co. KG

Bei der Herstellung und Verarbeitung von mehrphasigen Produkten wie Suspensionen, Emulsionen und Schäumen ist die Frage nach deren Stabilität ein wichtiges Kriterium: Die Teilchen in *Suspensionen* können sedimentieren und sich darüber hinaus zu Agglomeraten zusammenfinden. Die Gasblasen in *Schäumen* können durch Koaleszenz wachsen und die sie umgebende Phase kann sich durch Zusammenfließen am Boden des Gefäßes abtrennen (Synärese). Bei *Emulsionen* sind die Prozesse schließlich noch komplexer; hier spielen Ostwaldreifung, Koaleszenz, Flokkulation, Aufräumung, Phasentrennung und eventuelle Phasenumkehr eine Rolle.

Nur „stabile“ Systeme sind auch kommerziell einsetzbar. Im Gegensatz zu Mikroemulsionen sind Emulsionen thermodynamisch instabil. Es besteht also nur die Möglichkeit, eine Entmischung für einen möglichst langen Zeitraum zu vermeiden oder zumindest stark einzuschränken. Dafür werden Verdicker, Emulgatormischungen und andere Methoden verwendet. Eine verbreitete Methode der Stabilitätsmessung von Dispersionen ist die einfache optische Betrachtung und Bewertung. Sie ist subjektiv und zeitaufwendig. Im Vergleich dazu ist mit dem Turbiscan eine zwischen 4-50fach schnellere Erfassung von Instabilitäten durchführbar.



Abbildung 1 Turbiscan Lab

Die Turbiscan-Technologie

Der Turbiscan (Abbildung 1), der inzwischen weltweit in Forschung und Entwicklung, an Universitäten und in der Qualitätskontrolle im Einsatz ist, erfasst Stabilitätsänderungen von Dispersionen in flüssigen Medien, also Schäume, Emulsionen und Suspensionen.

Zunächst werden das zugrundeliegende Messprinzip und nachfolgend dann Beispielmessungen erläutert.

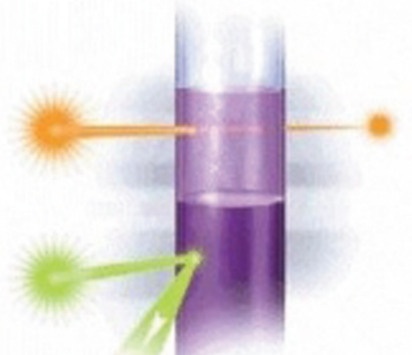


Abbildung 2 Messprinzip

Messprinzip

Infrarotes Licht der Wellenlänge 850 nm trifft auf die in einer Glasküvette befindliche Probe. Abbildung 2 stellt die Messanordnung dar. Die reflektierte Lichtintensität (Abb.: Lichtstrahl in grün, unten) fällt auf einen Detektor und wird ausgewertet. Ebenso wird bei transparenten Substanzen das Licht analysiert, das die Messzelle passiert (Abb.: Lichtstrahl in orange, oben). Durch das Abscannen der Probe von unten nach oben werden ihre örtlichen Unterschiede, hervorgerufen durch Partikelmigration oder Partikelwachstum, erfasst. Dabei wird alle 40µm ein Messwert aufgenommen. Die zeitabhängigen Änderungen werden durch Mehrfachmessungen beobachtet. Die einmalige Kombination der gleichzeitigen Messung von Rückstreuung und Transmission ermöglicht die Charakterisierung von transparenten und opaken Proben ohne Verdünnung. Auch anderweitige Probenvorbereitungen sind nicht notwendig.

Mie-Theorie

Für die Auswertung der Daten des rückgestreuten Lichts wird die Mehrfachstreuung nach der Mie-Theorie verwendet. Sie ist gültig, wenn Streuung an Molekülen oder Teilchen stattfindet, deren Größe d im Vergleich zur einfallenden Wellenlänge vergleichbar oder größer ist. Neben dem Teilchendurchmesser d ist die Volumenkonzentration Φ ein für die Theorie zentraler Parameter. Das Rückstreusignal (backscattering „BS“) ist im mittleren Konzentrationsbereich (0,05 bis etwa 15 Volumenprozent) gegeben durch

$$BS = k \frac{\Phi}{d}$$

mit der Konstante k .

Die Intensität des rückgestreuten Lichts ist also proportional zur Volumenkonzentration und steigt mit sinkender Teilchengröße. Der Rückstreudetektor ist im Turbiscan 135° zur Lichtquelle angeordnet.

Die Intensität des transmittierten Lichts T ist durch das Lambert-Beer-Gesetz beschrieben als:

$$T = T_0 \exp\left(\frac{-2r_i \Phi}{k' d}\right)$$

mit dem Transmissionsanteil der kontinuierlichen Phase T_0 , dem inneren Küvettenradius r_i und einem Proportionalitätsfaktor k' . Somit ist auch der transmittierte Teil des Lichts einer Probe direkt von deren Volumenkonzentration und Teilchendurchmesser abhängig. Der Transmissionsdetektor ist im Turbiscan linear zur Lichtquelle angeordnet, sodass dort nur transmittiertes Licht und kein gestreutes Licht analysiert wird.

Beispiele Sedimentation

Sedimentation tritt auf, wenn die dispergierten Teilchen eine höhere Dichte als die kontinuierliche Phase aufweisen. Im Falle einer transparenten kontinuierlichen Phase wird im oberen Bereich Aufklärung stattfinden. In Abbildung 3 ist das Ergebnis einer 15 minütigen Messung einer kurz aufgeschüttelten, wässrigen 1 Vol.-%igen Titandioxidsuspension dargestellt. Die Ordinate ist die Intensität des rückgestreuten Lichts und die Abszisse die Küvettenhöhe. Der linke Teil der Achse entspricht also dem Boden der Küvette, der rechte dem oberen Ende. Ferner ist die erste Messung violett dargestellt, dann geht der Farbverlauf von blau über grün zur letzten Messung in rot.

Jedes Partikel stellt ein Streuzentrum dar. Aufgrund der Sedimentation kommt es zu einer Verringerung der Partikelanzahl mit der Zeit im oberen Bereich und dadurch wird das Signal schwächer: in der Abbildung ist dies im rechten Bereich daran zu erkennen, dass die Rückstreuintensitäten zeitlich abnehmen. Generell ist die Intensität des zurückgestreuten Lichtes mit 85% über einen weiten Bereich recht hoch. Dies ist in dem hohen Lichtbrechungsindex der Titandioxidpartikel begründet.

Die zeitliche Entwicklung der Rückstreuung des Sediments ist in Abbildung 4 vergrößert dargestellt. Zu erkennen ist, dass zunächst eine rasche Sedimentation stattfindet, die allmählich langsamer wird (Abstand der Kurven untereinander in y-Richtung wird immer geringer).

Aus diesen Daten lässt sich die Migrationsgeschwindigkeit der Partikel bestimmen. Der Verlauf dieser ist in Abbildung 5 dargestellt. Die anfänglich hohe Geschwindigkeit verringert sich innerhalb von 15 Minuten auf etwa ein Drittel.

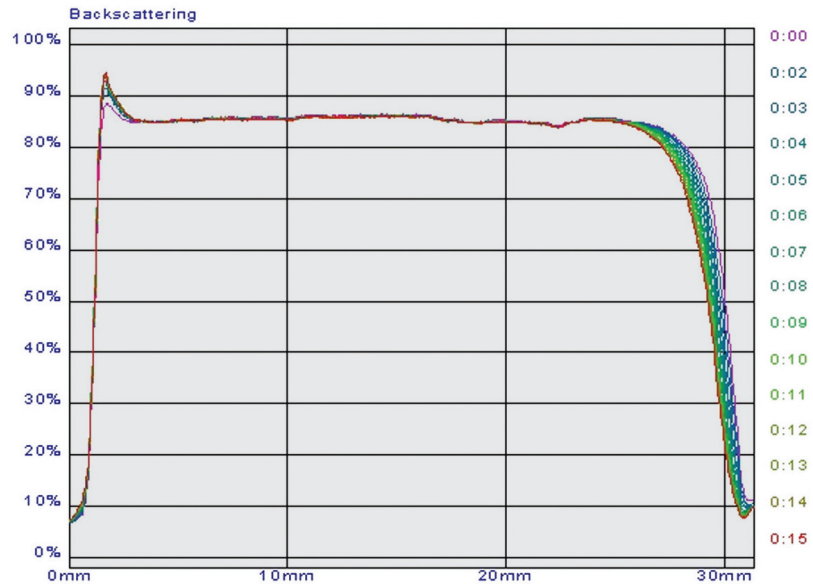


Abbildung 3 15-minütige Turbiscan Messung einer wässrigen Titandioxidsuspension

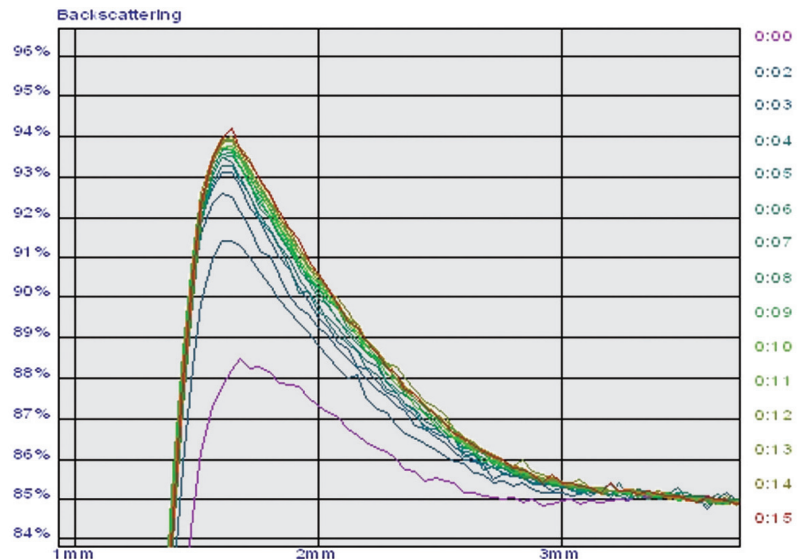


Abbildung 4 Ausschnitt der Sedimentpeaks aus Abbildung 3

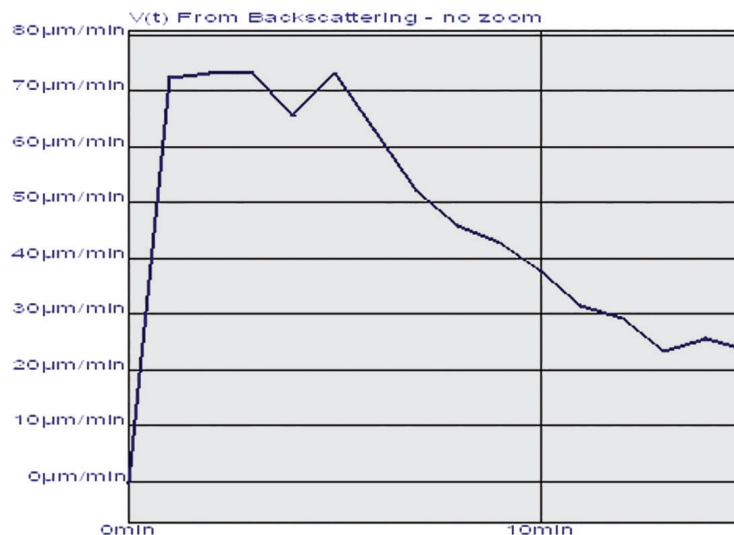


Abbildung 5 Errechnete Migrationsgeschwindigkeiten im oberen Bereich der Titandioxidsuspension

Der hydrodynamische Partikeldurchmesser kann berechnet werden, wenn folgende Stoffdaten vorliegen (siehe Literatur [2]):

- Dynamische Viskosität und Dichte der kontinuierlichen Phase
- Volumenanteil und Dichte der dispergierten Phase

Die zugrundeliegende Gleichung lautet:

$$V(d, \Phi) = \frac{|\rho_p - \rho_c| g d^2}{18 \eta_c} + \frac{1 - \Phi}{4,6 \Phi} + \frac{1 - \Phi}{(1 - \Phi)^3}$$

mit der Migrationsgeschwindigkeit V , dem Partikeldurchmesser d , dem Volumenanteil der dispergierten Phase Φ , der Dichte der Partikel ρ_p , der Dichte der kontinuierlichen Phase ρ_c , der Erdbeschleunigung g und der dynamischen Viskosität der kontinuierlichen Phase η_c . Bei Zugrundelegung der ersten fünf Minuten der Messung errechnet sich der hydrodynamische Radius zu $0,91 \mu\text{m}$.

Aufrahmen

Zur Messung des Aufrahm- und Koaleszenzverhaltens einer dispersen Mischung wurde eine einfache Sonnenblumenöl/Wasser Emulsion ohne Emulgator hergestellt. Die Daten des Herstellungsprozesses sind in Tabelle 1 hinterlegt. Zur Emulgierung wurde ein UltraTurrax (Rotor-Stator-Prinzip) verwendet.

Wie zu erwarten ist, findet aufgrund des fehlenden Emulgators schnelle Entmischung statt. In Abbildung 6 sind die Rückstreusignale der Emulsion 3 mit der längsten Rührdauer im Referenzmodus dargestellt. Beim Referenzmodus wird die erste Messung über den gesamten Bereich als Null definiert und alle nachfolgenden Messungen beziehen sich auf diese; somit sind Änderungen anhand der Kurve optisch leicht nachvollziehbar. Die gleichzeitig stattfindende Migration der Öltröpfchen und deren Wachstum (Koaleszenz bzw. Flockung) ist in der Abbildung folgendermaßen zu erkennen: Durch die Migration ist im unteren Bereich (1-10 mm)

eine Abschwächung des Signals mit der Zeit zu beobachten. Das Wachstum der Partikel führt zu einer Verschiebung der Kurven nach unten über den ganzen Küvettenbereich, weil durch dieses die Anzahl der Streuzentren sinkt (viele kleine Tröpfchen bilden wenige größere). Bei Wachstum ohne Migration würden parallele Kurven resultieren.

Die Berechnung des Turbiscan Stability Index (TSI) aus den Rückstreuungs- und Transmissionskurven liefert einen einfachen Stabilitätsparameter. Die

Angabe des TSI muss zur Vergleichbarkeit mit anderen Messungen den zeitlichen und örtlichen (betrachteter Küvettenbereich) Bezug enthalten. In Tabelle 1 sind die TSI-Werte der drei Emulsionen aufgelistet. Je höher der TSI-Wert, desto instabiler ist die Probe. Somit weist wie zu erwarten die Emulsion mit der kürzesten Emulgierzeit den höchsten TSI-Wert auf. Die Stability Kinetics Kurve der 3 Emulsionen ist in Abbildung 7 zu sehen und zeigt die Stabilität der Proben im zeitlichen Verlauf.

Emulsion	Volumenkonz.	Drehzahl/ Umin-1	Rührdauer /min	TSI (4h, gesamter Messbereich)
1 (rot)	20 %	10000	1	24,96
2 (blau)	20 %	10000	2	22,52
3 (grün)	20 %	10000	5	20,68

Tabelle 1 Daten der hergestellten Emulsionen

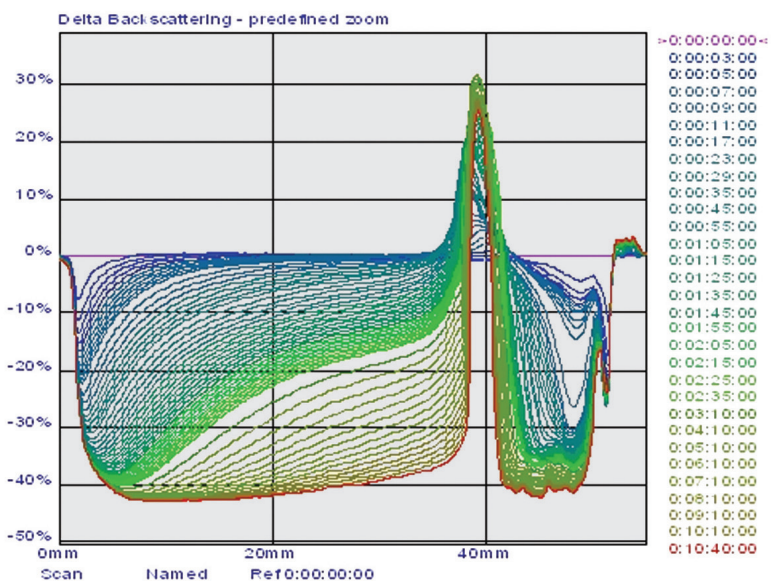


Abbildung 6 Rückstreusignal (Referenz-Mode) der o/w Emulsion 3

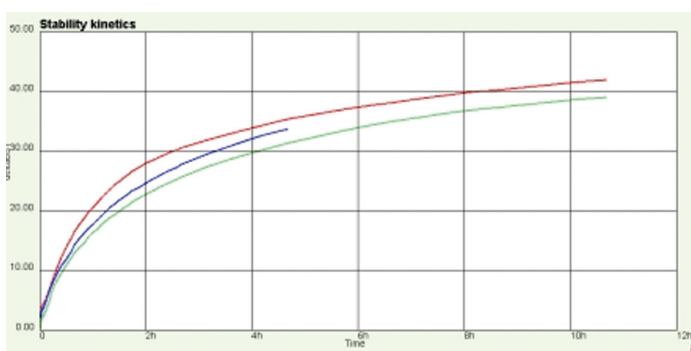


Abbildung 7 Darstellung der zeitabhängigen Stabilität der drei Emulsionen. Farbliche Zuordnung: siehe Tabelle 1

Turbiscan Messgeräte

Die Turbiscan AGS

Die in Abbildung 8 dargestellte Turbiscan Ageing Station (AGS) ist ein automatisiertes Probenzuführungssystem des Turbiscan. Insgesamt 54 (18+18+18) Messzellen können in den von Raumtemperatur bis 60°C beheizbaren Racks platziert werden. Dabei ist es möglich, die drei Bereiche unabhängig voneinander auf unterschiedliche Temperaturen einzustellen. Ein Roboterarm sorgt für den behutsamen Hin- und Rücktransport zum Turbiscan. Dadurch sind vollautomatische temperierte Stabilitätsmessungen in einem beliebigen Zeitraum möglich.



Abbildung 8 Turbiscan Ageing Station mit Temperier-, Roboter- und Kontrolleinheit

Turbiscan-online

Der Turbiscan online in Abbildung 9 bietet die Möglichkeit der Verfolgung von Änderungen der mittleren Partikelgrößen bzw. der Volumenkonzentration direkt im Prozess. Es sind Messungen im Temperaturbereich von 5-100°C und bei Drücken von 0,3-10 bar möglich. Die detektierbaren Partikelgrößen liegen im Bereich von 0,1 µm bis 1 mm bei Konzentrationen bis 60 Volumenprozent. Einflüsse von Rührerdrehzahl, Temperatur, Additive usw. auf die Partikelgröße können somit online erfasst werden.

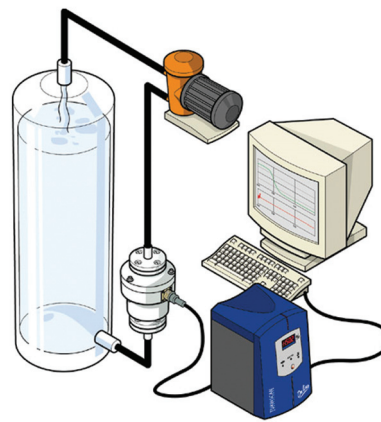


Abbildung 9 Einsatz des Turbiscan Online (Schema)

Turbiscan Stabilitätstest von schwerem Heizöl

Schweres Heizöl ist als Naturprodukt von unterschiedlicher Qualität. Zum einen hat der Ursprungsort, zum anderen aber auch der Raffinerieprozess einen Einfluss auf die Qualität. Die im schweren Heizöl befindlichen Asphaltene neigen durch Bildung von Schichtstrukturen zum Ausfallen. Dies stellt ein Problem bei Lagerungs- und Transportprozessen dar. Der Turbiscan bietet die Möglichkeit, die Stabilität von schweren Heizölen nach der Norm ASTM D7061 zu messen. Nach 15 Minuten Messung erhält der Nutzer einen Zahlenwert (separability number), der eine Aussage zur Stabilität des Heizöls gibt.

Wellenlänge des Lichts	850 nm
Vertikale Auflösung	40 µm
Anzahl der Messungen pro Minute	2
Anzahl der Detektoren	2
Detektierbare Länge in der Messküvette	55 mm
Material Messküvette	Borosilikatglas
Reproduzierbarkeit	±1% Abweichung
Temperaturbereich	Raumtemperatur bis 60°C
Referenzsubstanzen	Für Rückstreuung: Teflon Für Transmission: Silikonöl

Tabelle 2 Technische Daten des Turbiscan Lab Thermo

Zusammenfassung

Mit der Turbiscan-Technologie können Instabilitäten schneller und objektiver als mit dem bloßen Auge erfasst werden. Die einfachen und schnellen Messungen liefern zeitsparend schnelle Ergebnisse, wobei der Einsatz von transparenten bis opaken Systemen möglich ist. Damit ist der Turbiscan ein wertvolles Messgerät für die Kolloidchemie und angrenzende Gebiete.

Literatur

- [1] Mie, G. A. F. W. L., „Beiträge zur Optik trüber Medien, speziell kolloidaler Metallösungen“, *Annalen der Physik* 25, 377-445 (1908).
- [2] Snabre, P. Mills, P. „Settling of a suspension of hard spheres“, *Q. Europhysic Letters* 25, 9, 651-656 (1994).

Horus®-detaillierte Charakterisierung des Trocknungsverhaltens dünner Schichten

Uwe Boetcher, QUANTACHROME GmbH & Co. KG



In der Farbindustrie müssen aufgrund einer strengeren EU-Emissionsrichtlinie in den nächsten Jahren für viele Produkte neue Rezepturen erstellt werden, um den neuen Gesetzen zu entsprechen. Dies erfordert neue Ideen und intensive Forschungs- und Entwicklungsarbeit, um den Anteil der volatilen organischen Substanzen (VOC) in den Rezepturen zu verringern. Das in Abbildung 1 dargestellte Horus® Messgerät von Formulacion ist seit 2006 auf dem Markt und ermöglicht die Messung der Filmtrocknung mit einer neuen Methode: der Multispeckle-Diffusing Wave Spectroscopy (MS-DWS). Dadurch können schnelle und langsame Trocknungsvorgänge beliebiger Filme (z. B. Tinte, Farben, Lacke, Epoxidharze, Klebstoffe und Kosmetika) mit beliebigen Schichtdicken auf beliebigen Oberflächen quantifiziert werden. In der Abbildung 1 ist eine vibrationsarme Metallplatte zu sehen, auf der die Substrate platziert werden können.



Abbildung 1 Das Filmtrocknungsmessgerät Horus® mit 2 Messköpfen und automatischem Filmziehgerät zur gleichmäßigen Auftragung definierter Schichtdicken

Mit den zwei höhenverstellbaren Messköpfen können unabhängig voneinander zwei Messungen gleichzeitig durchgeführt werden. Mit dem PC werden die Messdaten erfasst, verarbeitet und in einer Datenbank gespeichert.

Historische Entwicklung des Messprinzips

Historisch gesehen ist die MS-DWS aus der in den 70er Jahren entwickelten dynamischen Lichtstreuung (DLS, auch als Photonenkorrelationsspektroskopie bezeichnet) hervorgegangen. Mit der DLS können anhand der Einfachstreuung des Lichts an den Partikeln der Diffusionskoeffizient und die Partikelgrößenverteilung bestimmt werden, weil die Brownsche Teilchenbewegung die Interferenz des Streulichts zeitlich ändert.

Maret und Wolf lösten in den 80er Jahren des letzten Jahrhunderts dann die Autokorrelationsfunktion für die multiple Lichtstreuung [1]. Der Begriff „Diffusing Wave Spectroscopy“ geht auf Pine et al. zurück [2]. Mithilfe der DWS können nun im Gegensatz zur DLS auch konzentrierte, opake Systeme untersucht werden. In diesen Arbeiten wird jedoch nach wie vor nur ein Sensor verwendet, was wegen des sehr verrauschten Signals problematisch ist. Aufgrund dessen muss die Aufnahme der Daten in einem langen Zeitraum erfolgen. Der nächste Schritt ging nun dahin, dass eine CCD-Kamera zur Aufnahme der Signale verwendet wurde. Dies führt zu einer deutlichen Verringerung der Messzeit, da jedes aufgenommene Bild viel Information liefert [3]. Diese Variante wird Multi-Speckle DWS (MS-DWS) genannt und wurde als erstes von Wong et al. 1993 getestet.

MS-DWS und ASII

Der schematische Aufbau einer Horus®-Messung ist in Abbildung 2 dargestellt. Das von der Laserdiode ausgehende Licht (650 nm, 0,9 mW) wird von den im Film enthaltenen lichtstreuenden Partikeln gestreut und erreicht die im Messkopf befindliche CCD-Kamera (320 x 240 Pixel, 30 Bilder pro Sekunde). Eventuell störendes Umgebungslicht wird durch den Filter mit 10 nm Bandbreite eliminiert.

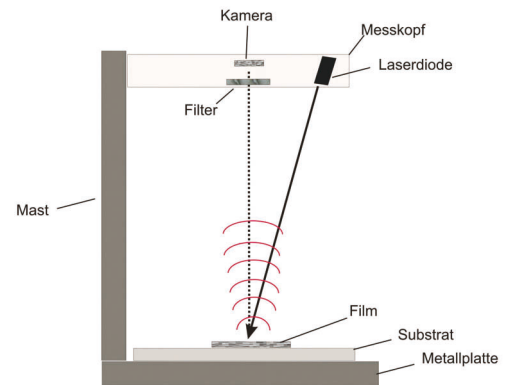


Abbildung 2 Schematischer Aufbau einer Filmtrocknungsmessung mit dem Horus®

Da das Licht je nach Gegebenheit der Probe mehr oder weniger tief eindringt (die Analysentiefe des Lichtes reicht dabei je nach Film von 150 – 600 µm), legt es unterschiedliche Wege zurück. Dadurch kommt es zu Interferenzen, die von der Kamera als helle (konstruktive Interferenz) und dunkle Punkte (destruktive Interferenz) detektiert werden. Die Summe dieser in einem x, y-Raster dargestellten hellen und dunklen Punkte wird Speckle-Bild genannt. Abbildung 3 stellt die Entstehung eines Speckle-Bildes schematisch dar.

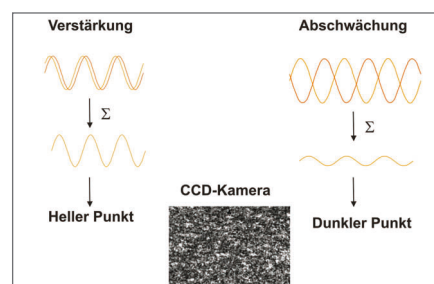


Abbildung 3 Entstehung eines Speckle-Bildes

Die Trocknung eines Farbfilms führt dazu, dass die Beweglichkeit der lichtstreuenden Partikel abnimmt. Von einem Speckle-Bild zum nächsten kommt es somit zu Veränderungen der Helligkeiten der einzelnen Bildpunkte. Je geringer die Bewegung im Film, desto langsamer werden sich die Bildpunkte verändern.

Die Verarbeitung der Daten erfolgt dabei nach folgenden vier Schritten:

1) Aufnahme eines Sets von Speckle-Bildern

Die von der Kamera kontinuierlich aufgenommenen Bilder werden immer mit dem ersten Bild (Referenzbild) eines Sets verglichen. Der Vergleich erfolgt dabei von Pixel des Referenzbildes zum Pixel an der selben Stelle im Vergleichsbild, wobei jedem Pixel ein Graustufenwert von 0-255 zugeordnet ist. Die Festlegung, wann ein Set beendet ist, erfolgt anhand der Dekorrelationsfunktion.

2) Berechnung der Zwischenbilddistanz d2

Die Zwischenbilddistanz errechnet sich nach folgender Gleichung:

$$d2 = \sqrt{\sum_{x=0}^{x=319} \sum_{y=0}^{y=239} (I_2(x,y) - I_1(x,y))^2}$$

mit der Lichtintensität I , und den Bildkoordinaten x und y . $I_1(x,y)$ sind die Intensitäten des Referenzbildes. Somit wird aus jedem Bild ein Zahlenwert erhalten, der eine Aussage darüber liefert, ob das Bild einen großen oder kleinen Unterschied zum Referenzbild aufweist.

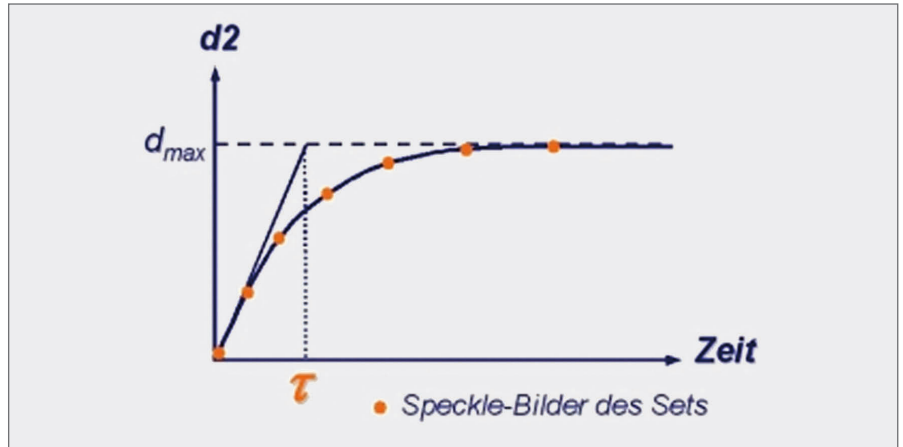


Abbildung 4 Dekorrelationsfunktion d2(t)

3) Berechnung der Dekorrelationsfunktion und der Dekorrelationszeit t

Die Dekorrelationsfunktion ist die Auftragung der Zwischenbilddistanz über der Zeit. Bei Festlegung eines prozentualen Grenzwertes der Anzahl der von einem zum nächsten Bild veränderten Punkte ergibt sich ein zeitlicher Bildabstand τ . Die Dekorrelationsfunktion und die Ermittlung von τ sind in Abbildung 4 dargestellt. τ sagt demnach aus, nach welcher Zeit ein signifikanter Bildunterschied vorliegt.

4) Berechnung der Speckle-Rate aus der Dekorrelationszeit

Der Kehrwert von τ ist die Speckle-Rate. Diese wird in die Trocknungskurve eingetragen. Nun beginnt die Prozedur wieder bei Schritt 1 und es wird auf Grundlage der bisherigen Korrelationszeit ein neues Bildset aufgenommen.

Die Teilchenbewegung wird in diesem Messverfahren durch die Speckle-Rate, Einheit Hz, repräsentiert. Hohe Speckle-Raten bedeuten dabei schnelle Beweglichkeit und umgekehrt.

Bei der von FORMULACTION entwickelten Adaptive Speckle Imaging Interferometry (ASII) erfolgt also eine kontinuierliche Abstimmung der Zeitdauer der Datenerfassung mit dem Messsignal. Dadurch ist gewährleistet, dass die resultierende Kurve einerseits nicht zu verrauscht, andererseits aber auch nicht zu „glatt“ ist und kaum noch Informationen liefert.

Beispiele von Trocknungsmessungen

Mit dem Horus® können Messungen auf beliebigen Oberflächen wie Metall, Glas, Kunststoff, Holz, Papier usw. bei nahezu beliebigen Schichtdicken von Farben, Lacken, Epoxidharzen, Klebstoffen, Kosmetika oder Tinten durchgeführt werden.

Bei Messung von letztgenannten ist ein System notwendig, das die schnelle Trocknung erfassen kann. Dies ist mit dem Horus® möglich: In Abbildung 5 ist die Trocknungskurve von Tinte dargestellt (Speckle-Rate über der Zeit). Die rasche Trocknung wird vom Messgerät detektiert und nach 15 s kann die Probe als „handtrocken = wischtroken“ eingestuft werden.



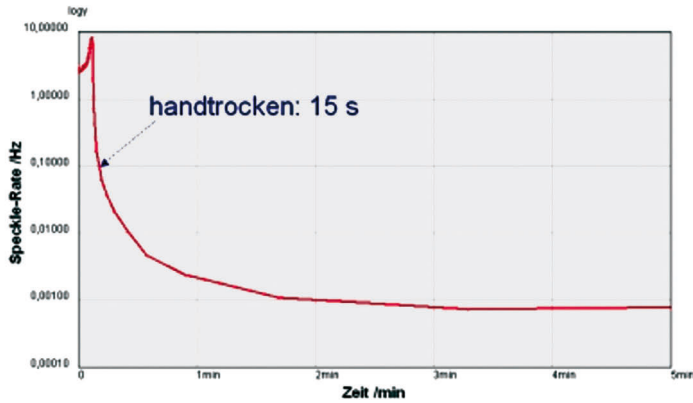


Abbildung 5 Trocknungskurve von Tinte

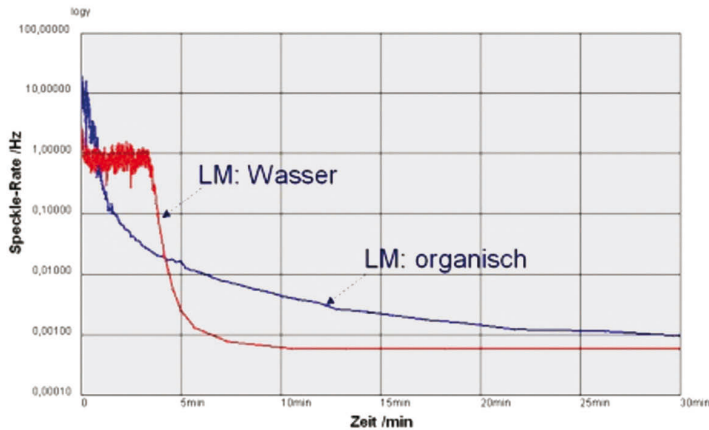


Abbildung 6 Unterschiedliche Trocknungskinetiken von wasserbasierter und organisch-lösemittelbasierter Farbe

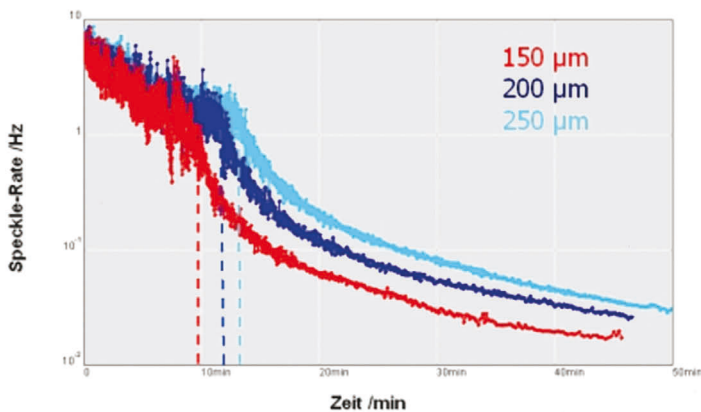


Abbildung 7 Trocknungsverläufe unterschiedlich dicker Schichten von Nagellack

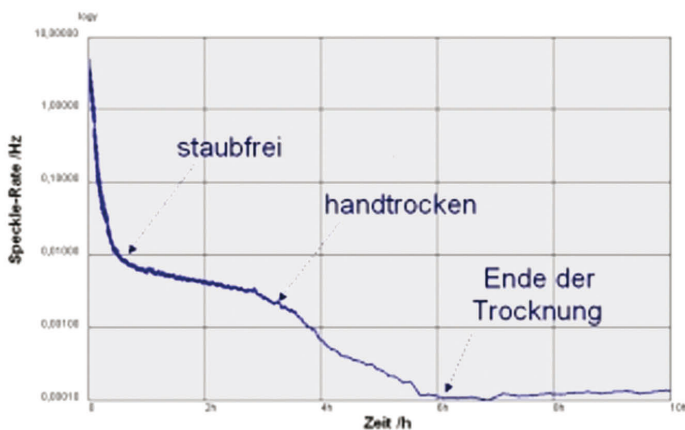


Abbildung 8 Trocknungsverlauf einer Fassadenfarbe

Interessant ist der Vergleich zwischen einer wasserbasierten und einer auf organischem Lösungsmittel basierenden Farbe (Abbildung 6). Letztere zeigt über einen Zeitraum von 30 min ein kontinuierliches Absinken der Beweglichkeit. Dahingegen verläuft die Trocknung der wasserbasierten Farbe (rote Kurve) in drei Stufen ab. Im ersten Bereich (0 bis circa 1 min) findet Verdunstung statt, wobei die Pigmente sich in ihren Bewegungen noch nicht stark behindern. Bald ist dann aber eine Konzentration erreicht (1 – 3 min), in der sie versuchen, sich optimal anzuordnen. In dieser „Packing-Phase“ ist der Verlauf der Speckle-Rate sehr unruhig. Dann folgt in der dritten Stufe (3 – 10 min) der Bereich, in dem sich die Partikel immer weniger bewegen, die Bindungen sich untereinander verfestigen und nahezu alles Wasser verdunstet. Wie trocken die Farbe letztlich wird, hängt von der die Probe umgebenden Luftfeuchtigkeit, dem Luftdruck und von der Temperatur ab.

Unterschiedlich dick aufgetragene Schichten liefern unterschiedliche Trocknungszeiten. In dem in Abbildung 7 dargestellten Beispiel wurde Nagellack gleichmäßig mit Dicken von 150, 200 und 250µm auf einer Oberfläche aufgetragen. Wie zu erwarten, zeigt die hellblaue Kurve mit der dicksten Lackschicht nach beispielsweise 30 Minuten noch die höchste Beweglichkeit der lichtstreuenden Teilchen.

Der Trocknungsverlauf einer Fassadenfarbe ist in Abbildung 8 im Zeitraum von 10 Stunden dargestellt. Die Knickpunkte der Kurve stellen charakteristische Zeiten im Trocknungsprozess dar. Der erste bei etwa 30 Minuten ist der Zeitpunkt, bei dem sich auf die Probe aufgestreute Glasperlen (charakterisiert durch DIN EN ISO 1517) mit einem weichen Haarpinsel leicht und restlos wieder entfernen lassen.

Im Bereich bis 30 Minuten liegt die sogenannte „open-time“, in der es beim Verarbeiten noch möglich ist, Fehler durch Überstreichen zu korrigieren.

Nach etwas mehr als 3 Stunden befindet sich der zweite Knickpunkt, bei dem die Oberfläche handtrocken ist (Trocknungsgrad 2). Schließlich ist nach etwa 6 Stunden das Ende der Trocknung erreicht.

Die charakteristischen Trocknungsgrade von Beschichtungen sind in der DIN 53150 nach einem abgewandelten Bandow-Wolff-Verfahren festgelegt. Sie reichen von Trocknungsgrad 1 (TG 1, Glasperlentest) bis TG7 (Belastung der Probe mit 20 kg Gewicht: An der belasteten Stelle darf keine Veränderung der Beschichtungsoberfläche erkennbar sein). Die Dynamik der Horus® Messung zeigt sich darin, dass im gesamten Trocknungszeitraum gut vier Dekaden der Speckle-Rate überstrichen werden.

Zusammenfassung

Mit dem Horus®-Messgerät können nichtzerstörende Messungen von Filmtrocknungen auf nahezu beliebigen Substraten durchgeführt werden. Es werden sowohl schnelle als auch langsame Prozesse erfasst und es können unterschiedliche Trocknungskinetiken beobachtet werden. Die Probenvorbereitung ist dabei sehr einfach durchzuführen. Mit dem Horus® ist ein optisches Messverfahren verfügbar, mit dem Informationen über den gesamten Trocknungsprozess einer Dispersion verfügbar und mit anderen Proben, z.B. aufgetragene Standardschichten, verglichen werden kann.

Literatur

- [1] Wolf, P. E., Maret, G., „Multiple Light Scattering from Disorderd Media. The Effect of Brownian Motion of Scatterers“, *Z. Phys. B* 65, 409, (1987).
- [2] Pine, D. J., Weitz, D. A., Chaikin, P. M. und Herbolzheimer, E., „Diffusing Wave Spectroscopy“, *Physical Review Letters* 60, 1134, (1988).
- [3] Wong, A. P. Y., Wiltzius, P., „Dynamic light scattering with a CCD camera“, *Rev. Sci. Instrum.* 64, 2547, (1993).
- [4] Van Tent, A., te Nijenhuis, K., *Journal of Colloid and Interface Science* 232, 350 (2000).

Anzahl der Messköpfe	1-4
Wellenlänge des Diodenlasers	650 nm
Leistung des Diodenlasers	0,9 mW
Lichtpunkt auf Probe	ca. 5 mm ²
Analysentiefe	150 – 600 µm, abhängig von Probe
Auflösung der CCD-Kamera	320 x 240 Pixel
CCD Kamera Bildfrequenz	30 Bilder / s
Betriebssystem	Windows 98 ME, 2000, XP
Datenkommunikation	USB

Tabelle 1 Technische Daten des Horus®

Sonderaktion

Sonderaktion zur weltweiten Einführung des Horus® Messgerätes zur detaillierten Analyse von Filmtrocknungsprozessen

QUANTACHROME sponsort nicht nur Veranstaltungen, wie die deutschen Zeolithtagungen 2007 in Leipzig und 2008 in Halle/Saale oder die ungarische Chemietagung 2007 in Siofok mit der Stiftung eines Posterpreises (Abbildung 1), der an ein Nachwuchsteam aus Budapest überreicht wurde. Wir möchten auch mit einer Sonderaktion die Einführung neuer wegweisender Messtechnik unterstützen.

Das neue Horus® Messgerät (Abbildung 2) von FORMULACTION ermöglicht die Messung der Filmtrocknung mit einer weltweit neuen optischen Methode, welche im vorherigen Beitrag detailliert beschrieben ist. Das Horus® steht für die Untersuchung schneller und langsamer Trocknungs-



Abbildung 2
Horus® - Sonderaktion: Testmessungen, Auftragsanalysen, Gerätemiete, Methodenentwicklung, Gerätekauf

vorgänge beliebiger Filme (z. B. Tinte, Farben, Lacke, Epoxidharze, Klebstoffe und Kosmetika) mit beliebigen Schichtdicken auf beliebigen Oberflächen.

Mit der Sonderaktion möchten wir allen Interessenten schnell und unkonventionell Hilfestellung für die Nutzung der neuen HORUS-Messtechnik geben. Dies betrifft sowohl die Anzahl kostenloser Testmessungen sowie eine deutliche Rabattierung von Auftragsmessungen, Gerätemieten, Methodenentwicklung sowie Gerätekauf. Sollten Sie an der HORUS-Sonderaktion 2008 Interesse haben, so nutzen Sie auch hierfür unsere beiliegende Faxantwort.



Abbildung 1
Dr. Dietmar Klank (rechts) auf der ungarischen Chemietagung 2007 in Siofok bei der Überreichung des von der Quantachrome GmbH & Co. KG gesponserten Posterpreises an ein junges Forscherteam aus Budapest

Literaturbesprechung

Adsorption Hysteresis of Nitrogen and Argon in Pore Networks and Characterization of Novel Micro- and Mesoporous Silicas

M. Thommes, B. Smarsly, M. Groenewolt, P.I. Ravikovitch, A.V. Neimark, *Langmuir* 2006, 22, 756-764

Besprochen werden Ergebnisse von Stickstoff und Argon-Adsorptionsmessungen bei 77.4 K und 87.3 K von speziellen mikro- und mesopörsen Silicamaterialien mit morphologisch unterschiedlichen, in mikropörsen Matrices eingebettete, Mesoporen. Gezeigt werden unterschiedliche Hysteresearten in Bezug auf die verwendeten Adsorptive, Messtemperaturen und Porennetzwerke. Vorge stellt werden von den Autoren von Quantachrome Instruments (Boynton Beach, USA), dem Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung (Potsdam, D) und dem TRI Princeton

(USA) die modernsten Interpretationen zur Erklärung von Sorptionshysteresen. Für die Berechnung der Porenverteilungen wird eine neuentwickelte Dichtefunktionaltheorie angewendet, wobei für die Adsorption eine verzögerte Kapillarkondensation in verschiedenen Porengeometrien mit berücksichtigt wird. Besonders eingegangen wird auf Hystereseerscheinungen, die früher vereinfacht unter den Begriff Adsorptionsverhalten von Flaschenhalsporen fielen. Tatsächlich handelt es sich sowohl um sogenannte Porenblockierungs- als auch um Kavitationseffekte des Adsorbates (Porenfluids) bei der

Desorption, welche in Abhängigkeit vom Durchmesser des Poreneingangs („des Flaschenhals“) diskutiert werden.

Die hochaufgelösten Adsorptionsmessungen wurden mit einem AUTOSORB-1-MP durchgeführt, bei dem Drucksensoren direkt an der Messzelle den Gleichgewichtsdruck erfassen. Die Autoren weisen darauf hin, dass durch die Schließung des Ventils zum Dosiervolumen des Messgerätes während der Gleichgewichtseinstellung das Totvolumen deutlich verringert wird, was mit erhöhter Sensitivität der Gesamtmessung einhergeht. Der Sättigungsdampfdruck wurde für jeden Messpunkt mit dem separaten p_0 -Drucksensor erfasst. Die weiterentwickelte NLDFT-Auswertung berücksichtigt für den Hysteresebereich verzögerte Kondensation in Form von metastabilen Adsorptionsisothermen, während für den Bereich der reversiblen Kondensation/Desorption die Methode des NLDFT-Gleichgewichts verwendet wurde.

Acoustic and electroacoustic spectroscopy for characterizing concentrated dispersions and emulsions

A.S. Dukhin, P.J. Goetz, *Advances in Colloid and Interface Science* 2001, 92, 73-132

Die Autoren beschreiben die Techniken „akustische Dämpfung“ und „Elektroakustik“, welche beide die Charakterisierung flüssiger Dispersionen mithilfe von Ultraschallwellen ermöglichen. Wesentlicher Vorteil von Ultraschall gegenüber Licht ist dabei die Möglichkeit, nichttransparente, konzentrierte Systeme untersuchen zu können. Für beide Methoden wird, sowohl ein historischer Abriss, ein Überblick über die Theorie, als auch die messtechnische Umsetzung im Kombinationsgerät DT-1200 gegeben.

Zu Beginn werden die 6 bekannten Wechselwirkungsmechanismen zwischen Ultraschallwelle und Dispersion beschrieben, auf denen beide Messtechniken basieren: 1. viskoser; 2. thermischer; 3. Streu-; 4. intrinsischer; 5. struktureller sowie 6. elektrokinetischer Mechanismus. Für die akustische Dämpfung zur Partikelgrößenanalyse sind die Mechanismen 1 bis 5 relevant, während der elektrokinetische Mechanismus die Grundlage für die Elektroakustik zur Zetapotenzialbestimmung darstellt.

In erster Näherung sind für die akustische Dämpfung im so genannten Langwellenregime (Wellenlänge größer als Partikelradius) die Wechselwirkungsmechanismen mit der Dispersion unabhängig voneinander: Die Gesamtdämpfung setzt sich also additiv aus den Einzelmechanismen zusammen. Für die einzelnen Effekte werden theoretische Modelle hergeleitet bzw. beschrieben, wie z.B. das Phasenkopplungs- und das Zellenmodell für den viskosen Mechanismus.

Auf der Basis des elektrokinetischen Mechanismus wird die moderne Theorie von Dukhin und Goetz für den elektroakustischen Effekt dargestellt. Die Messgröße, die in direktem Zusammenhang mit dem Zetapotenzial steht, ist der kolloidale Vibrationsstrom (CVI). Im Gegensatz zu herkömmlichen Modellen wird die Oberflächenleitfähigkeit berücksichtigt.

Die experimentelle Umsetzung in Form des Messgerätes DT-1200 erfolgt für die akustische Dämpfung zur Partikelgrößenbestimmung im Fre-

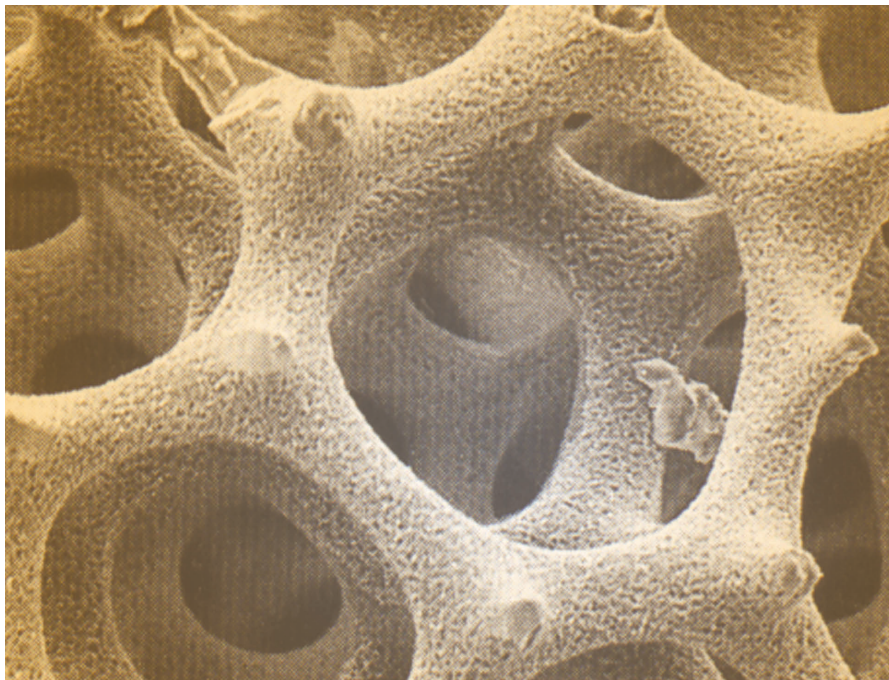
quenzbereich von 3 bis 100 MHz. Dabei wird der Abstand zwischen Sender und Detektor für ein optimales Signal-Rausch-Verhältnis variiert; eine wesentliche Voraussetzung für den flexiblen Einsatz bei unterschiedlichsten Dispersionen. Anhand von Messergebnissen, z.B. von Silika- und Rutildispersionen, werden beide Methoden erörtert.



Abbildung 1 Verwendetes Messgerät DT-1200 zur Partikelgrößenanalyse mittels akustischer Dämpfung (oben) und Abbildung 2 zur Bestimmung des Zetapotenzials mittels elektroakustischer Sonde (unten)



Zur Auswahl von Oberflächen- und Porenmessgeräten anhand praktischer Erfordernisse



Seit der Entwicklung unterschiedlicher Geräteklassen für eine Messmethode stehen Interessenten vor der Frage, welches Messgerät das optimale für Aufgabenstellung und Budget ist. Im Rahmen der Gas- und Dampfsorption zur Oberflächen- und Porenanalyse, für Physisorptions- und Chemisorptionsuntersuchungen sowie für variable Probandurchsätze soll im Folgenden eine Übersicht und Hilfestellung gegeben werden. Chemisorption und Dampfsorption finden Sie am Ende der Zusammenstellung, die ersten Abschnitte stellen Ihnen Entscheidungskriterien für die Oberflächen- (BET-Oberfläche) und Porenanalyse durch Gasadsorption vor. Der Porenbereich der Methode erstreckt sich von ca. 0,35 – 400 Nanometer. Größere Poren können mittels Quecksilberporosimetrie untersucht werden. Auch hierzu offeriert QUANTACHROME mit dem POREMASTER modernste Messtechnik.

Mit dem POREMASTER ist auch die Bestimmung der sogenannten Skelettdichte sowie der Rohdichte möglich. In

Partikelwelt 9 werden Sie zu den unterschiedlichen Dichten und deren Bestimmung eine ausführliche Übersicht finden. Informationen hierzu senden wir Ihnen bei Interesse natürlich gerne vorab.

Wann entscheide ich mich für welche Gerätekategorie, worin unterscheiden sich AUTOSORB, QUADRASORB SI, NOVA e-Serie und MONOSORB? Hierauf soll nachfolgend eine Antwort gegeben werden, ohne den Anspruch zu erheben, dass damit alle möglichen Fragen geklärt sind. Gerne stehen wir Ihnen für eine Diskussion und weitere Informationen zur Verfügung, doch vielleicht helfen die nachfolgenden Anmerkungen vorab, wesentliche Entscheidungsgründe zu erkennen.

Die Reihenfolge der Geräteklassen geht konform mit steigender Ausstattung, zusätzlichen Möglichkeiten und damit in Richtung preiswerterer zu teureren Messsystemen. Die Geräte einer höheren Ausstattung offerieren i.d.R. alle Analysemöglichkeiten der niedrigeren Klassen, Ausnahme hiervon kann z.B. die Anzahl der Messstationen sein.

MONOSORB

Einfach ist die Entscheidung für oder gegen das MONOSORB: Möchte man ausschließlich BET-Oberflächen nach der sogenannten Einpunkt-BET-Methode bestimmen? Möchten Sie an dieser Einpunkt-Methode auch in Zukunft festhalten und, z.B. aus Budgetgründen, keine weiteren Möglichkeiten zur Oberflächen- und Porencharakterisierung anschaffen? In diesen Fällen ist das MONOSORB genau das richtige Messgerät:

Exakte BET-Oberflächen nach der Einpunkt-BET-Methode, schnellste Messungen besonders für Produktionskontrolle geeignet sowie einfache Bedienung dieser erprobten Messtechnik sprechen für das MONOSORB.

Alle anderen Geräteklassen (AUTOSORB, QUADRASORB SI und NOVA) ermöglichen die einfache Anwendung der Mehrpunkt-Methode zur Bestimmung von BET-Oberflächen und die Bestimmung von Porenvolumen und Porenverteilung aus Adsorptions- und Desorptionsmessungen. Worin unterscheiden sich diese drei Geräteklassen im Wesentlichen?



Abbildung 1 Messgerät MONOSORB



Abbildung 2 Messgerät NOVA e-Serie

NOVA e-Serie

Als Messgerät für BET-Oberflächen und zur Porenanalyse ist die NOVA als 1-, 2-, 3- und 4-Stationen-Messgerät erhältlich und wird sowohl in Forschung und Entwicklung als auch der Qualitätskontrolle vielfältig eingesetzt. Es zählt sich durch ein außerordentlich gutes Preis-Leistungs-Verhältnis aus und gewährleistet mit der Mehrstationenkonfiguration einen ausreichend hohen Probendurchsatz für viele Anwendungen. Bestimmte Limitierungen der NOVA gibt es natürlich gegenüber den teureren QUADRASORB SI und AUTOSORB. Bei der NOVA befinden sich alle Messzellen während der Messung in einem Dewar zur Einstellung der Messtemperatur. Damit können die Messstationen erst neu bestückt und weitere Messungen gestartet werden, wenn alle Messungen an den Analysenstationen beendet sind. Zusätzlich hierzu erfolgen Parallelmessungen am QUADRASORB und am AUTOSORB, mit mehreren Messstationen, auch aufgrund der Drucksensor-Konfiguration dieser Analysegeräte, schneller. Aus diesen Gründen kann es, z.B. im Rahmen umfangreicher Qualitätskontrolle mit sehr hohem Probendurchsatz, vorteilhaft sein, sich für QUADRASORB SI oder AUTOSORB-6 zu entscheiden.

Ein weiteres Entscheidungskriterium gegen die NOVA kann die Notwendigkeit einer Turbomolekularpumpe und zusätzlicher Drucksensoren sein. Diese Konfigurationen werden für hochauflösende Mikroporenmessungen verschiedener Feststoffe und für die Bestimmung sehr kleiner BET-Oberflächen mittels Kryptonadsorption bei 77 K benötigt. In diesen Fällen sind QUADRASORB SI KR/MP oder AUTOSORB MP-Geräte die erste Wahl.

QUANTACHROME offeriert auch für die NOVA e-Serie Lösungsmöglichkeiten für viele Aufgabenstellungen. Deshalb ist z.B. der mit einem Preisvorteil verbundene Hardware-Nachteil der NOVA gegenüber dem AUTOSORB-1MP in vielen Fällen kein Problem, wenn

- Sie keine hochauflösenden Mikroporenverteilungen benötigen,
- Ihr Probendurchsatz so groß ist, dass für sehr lange Mikroporenmessungen keine Zeit verbleibt und Sie zeitlich kürzere Alternativen brauchen,
- die Bestimmung des Mikroporenvolumens (statt der Mikroporenverteilung) ausreicht,
- Ihnen die NOVA-Möglichkeiten zur Bestimmung von mittleren Mikroporendurchmessern oder Alternativen, wie CO₂-Adsorption bei 273 K mit modernster Auswertung zur Berechnung von Mikroporenverteilungen, genügen. (Sprechen Sie uns diesbezüglich an!)

QUADRASORB SI-Serie

Diese Geräteserie besteht aus dem QUADRASORB SI und dem QUADRASORB SI KR/MP. Beide Geräte besitzen 4 Messstationen mit jeweils eigenem Drucksensor, 4 separate Stationen zur kontinuierlichen Bestimmung des Sättigungsdampfdruckes P₀ sowie 4 Dewars zur Ermöglichung individueller Messungen und unabhängigen Neustart jeder Messstation. Damit realisiert das QUADRASORB SI einen signifikant höheren Probendurchsatz als die NOVA.

Das QUADRASORB SI KR/MP ist mit einer Turbomolekularpumpe und einem zusätzlichen 10 Torr-Drucksensor ausgestattet. Mit dieser Konfiguration ist, gegenüber der NOVA, die Bestimmung kleinerer BET-Oberflächen mittels Kryptonadsorption möglich.

Außerdem kann der Messbereich für bestimmte Mikroporenuntersuchungen in den Niederdruckbereich erweitert werden. Es sei aber schon hier darauf hingewiesen, dass diese Niederdruckausstattung nicht ganz mit der des AUTOSORB-1-MP konkurrieren kann, da letzteres mit einem 1 Torr-Drucksensor für hochauflösende Niederdruckmessungen ausgestattet ist.



Abbildung 3 Messgerät QUADRASORB

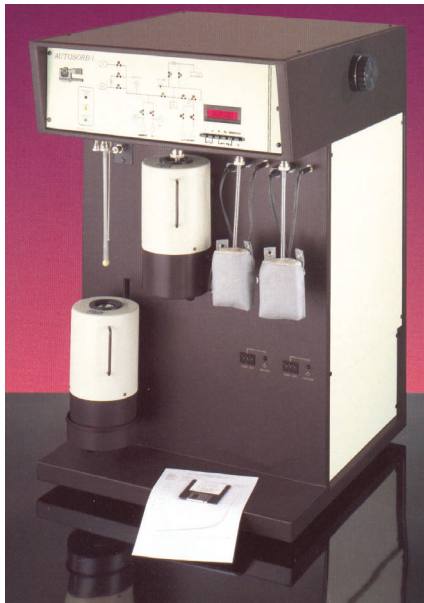


Abbildung 4 Messgerät AUTOSORB

AUTOSORB-Serie

Das AUTOSORB gibt es als 1- und 6-Stationen Gerät (AUTOSORB-1 und -6) sowie als Grundgerät und Mikroporengerät mit Turbomolekularpumpe und zusätzlichen Drucksensoren (AUTOSORB-1-MP, -6-MP). Das AUTOSORB-1-C ist ein AUTOSORB-1MP mit zusätzlicher Chemisorptionseinheit zur Charakterisierung aktiver Oberflächen von Katalysatoren.

Für die Entscheidung zum Analysemessgerät der AUTOSORB-Serie sprechen mindestens 4 Aufgabenstellungen:

1. Höchster Probendurchsatz beim AUTOSORB-6

Mit dem AUTOSORB-6 ist der maximale Probendurchsatz realisierbar. 6 unabhängige Messstationen gewährleisten ständigen Neustart an freien Messstationen. Das Messsystem wird bei vielen Gerätenutzern für diesen hohen Probendurchsatz eingesetzt. Dabei wird es auch für Sonderanwendungen, wie die Messung großer Probenkörper, verwendet.

2. Hochauflösende Mikroporencharakterisierungen beim AUTOSORB-1-MP

Die Charakterisierung von Mikroporen (Porendurchmesser < 2 Nanometer) erfordert oft langzeitstabile Messtechnik mit Turbomolekularpumpenvakuum und entsprechender Konfiguration an Drucksensoren. Das AUTOSORB-1-MP trägt solchen Erfordernissen z.B. dadurch Rechnung, dass aufgrund spezieller Dewargefäße Langzeitmessungen möglich sind, dass ein ölfreies Vakuum erzeugt wird und dass ein 1 Torr-Drucksensor direkt an der Messzelle die Gleichgewichtseinstellung im Niederdruckbereich erfasst. Durch Trennen des übrigen Dosiersystems (Manifold) von der Messzelle während der Gleichgewichtseinstellungen werden sowohl die Leckrate des Systems minimiert als auch die Sensitivität der Messung aufgrund des geringen Totvolumens maximiert. Grundentscheidungen für oder gegen ein AUTOSORB MP können aus den Fragen folgen:

A Besitzen Ihre Proben keine Mikroporen oder sind Sie an langen Messungen (20–60 Stunden) zur Bestimmung von Mikroporengrößenverteilungen nicht interessiert, dann neigt sich die Entscheidung in aller Regel in Richtung NOVA oder QUADRASORB SI.

B Sind Sie an der Bestimmung von Mikroporengrößenverteilungen oder anderen hochauflösenden Messungen mit sehr vielen Messpunkten interessiert, dann neigt sich die Entscheidung in Richtung AUTOSORB-1-MP.

C Haben Sie es (auch) mit sehr kleinen BET-Oberflächen zu tun, die man mit Stickstoff nicht mehr vermessen kann, so kann Kryptonadsorption angewendet werden. Hierfür kommen AUTOSORB MP und QUADRASORB SI KR/MP in Frage.

D Für das AUTOSORB-1 (Grundgerät) ohne Krypton-, Mikroporen- oder Chemisorptionsversion wird, seitdem es die NOVA-Serie gibt, in der Regel nur entschieden, wenn aus Budgetgründen erst später eine der genannten Optionen nachgerüstet werden kann.

3. Chemisorptionsuntersuchungen und temperaturprogrammierte Reaktionen, wie TPD, TPR oder TPO

Für solche Untersuchungen, meist zur Katalysatorcharakterisierung, kommen das AUTOSORB-1-C und das ChemBET 3000 TPD/TPR in Frage. Bei gewünschter Kombination von Physisorption (BET und Porenanalyse) und Chemisorption in einem Messgerät fragen Sie bitte nach weiteren Informationen zum AUTOSORB-1-C mit den entsprechenden Optionen, wie TCD-Option für die temperaturprogrammierten Reaktionen. Bei separatem Gerät für die Chemisorption, z.B. wegen limitiertem Probendurchsatz infolge hochauflösender Mikroporenmessungen, empfehlen wir das Analysegerät ChemBET 3000 TPD/TPR (Abbildung 5).



Abbildung 5 Messgerät ChemBET



Abbildung 6 Messgerät HYDROSORB

4. Dampf- bzw. Wasserdampfsorption

Für Dampfsorptionsmessungen kann das AUTOSORB-1-MP mit einer Dampfoption ausgestattet werden. Auf diese Weise können Sorptionsisothermen von leichtflüchtigen Flüssigkeitsdämpfen aufgenommen werden. Die Dampfoption zeichnet sich gegenüber herkömmlichen Messgeräten insbesondere dadurch aus, dass das gesamte Manifold zur Verhinderung von Kondensation auf 50°C beheizt wird. Bei gewünschter Kombination von Gassorption (BET und Porenanalyse) und Dampfsorption in einem Messgerät fragen Sie bitte nach weiteren Informationen zum AUTOSORB-1-MP mit Dampfoption. Sind Sie an einem separaten Messgerät zur Bestimmung der Wasseraufnahme bei Temperaturen zwischen 12°C und 85°C interessiert, sollten Sie Informationen zum HYDROSORB (Abbildung 6) anfordern.

POREMASTER-Serie

Der POREMASTER ist im Gegensatz zu den oben genannten Analysegeräten ein Quecksilberhochdruckporosimeter. Die POREMASTER-Messgeräte komplettieren den zu untersuchenden Porenbereich in Richtung großer Poren bis fast 1 mm. Sind Messaufgaben allein durch Gasadsorption lösbar, so beschränkt man sich in der Regel auf diese Methode. Ist jedoch die Porenanalyse im Mikrometerbereich wichtig

für die Charakterisierung poröser Proben, wie Baustoffe, gepresste Keramikkörper oder pharmazeutische Tabletten, so ist die Quecksilberporosimetrie oder beide Methoden in Kombination anzuwenden. Die vier POREMASTER-Modelle unterscheiden sich im Porengrößenbereich (bis ca. 6 nm bzw. 3 nm Porendurchmesser) sowie im Probendurchsatz, da bei den GT-Modellen zwei Messzellen parallel in der Hochdruckstation vermessen werden können. Die Abbildungen 7 und 8 zeigen den POREMASTER sowie den Messbereich von Quecksilberporosimetrie und Gasadsorption.

Fazit

Mit der Palette an Messgeräten zur Oberflächen- und Porenanalyse offeriert QUANTACHROME Möglichkeiten für

- ein optimales Preis-Leistungsverhältnis,
- einen optimalen Probendurchsatz entsprechend den Aufgabenstellungen sowie
- Möglichkeiten zur Aufrüstbarkeit von Messgeräten, z.B.
 - a) NOVA mit zusätzlichen Messstationen,
 - b) QUADRASORB und AUTOSORB auf MP-Version
 - c) POREMASTER auf GT-Version.

Im Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse (LabSPA) stehen alle Messgeräte für Test- und Auftragsmessungen sowie Methodenentwicklungen zur Verfügung. Mit den Porenanalysegeräten und unseren langjährigen Erfahrungen auf diesem Gebiet bieten sich interessante Ergänzungen zu Partikelgrößenanalysen. Die Tendenz zur zusätzlichen Bestimmung der Partikelform kann für viele Produkte noch keine endgültigen Antworten auf diverse Fragestellungen geben. Mit einer „Paketbestimmung“ von Partikelgröße, Partikelform, spezifischer Oberfläche und Porosität sowie Dichte und evtl. Wasseraufnahme sind oft weiterführende Interpretationen möglich. Sprechen Sie uns an!



Abbildung 7 Messgerät POREMASTER

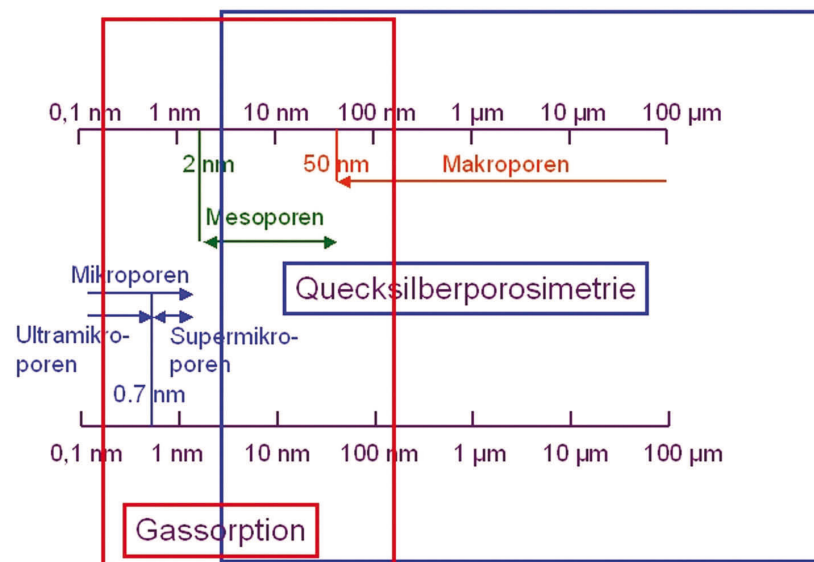


Abbildung 8 Porenbereiche von Gasadsorption und Quecksilberporosimetrie

NEWS

Gasadsorptionsmessungen bei unterschiedlichen Temperaturen zur Lösung spezieller Aufgabenstellungen:

Die neue Kryostat-Option des AUTOSORB-1 von 77 K bis 200 K

Gasadsorptionsmessungen werden meist mit Stickstoff bei 77 K durchgeführt, um von feinen und porösen Stoffen die spezifische Oberfläche (BET-Oberfläche) zu ermitteln oder poröse Materialien durch ihr Porenvolumen und die Porenverteilung zu charakterisieren. Alternativen hierzu sind notwendig bei der Bestimmung sehr kleiner Oberflächen, für welche die Kryptonadsorption bei 77 K vorteilhaft zur Bestimmung der BET-Oberfläche ist. Zur Charakterisierung von Mikroporen (Porendurchmesser < 2 nm) wird in der Literatur Argonadsorption bei 87 K (Siedetemperatur von Flüssigargon) empfohlen. Dies hat Vorteile wegen der etwas höheren Mess-temperatur gegenüber der Temperatur des Flüssigstickstoffs, aber vor allem deshalb, weil Argon ein ideales Gas ist. Stickstoffmoleküle wechselwirken wegen ihres sogenannten Quadrupolmoments mit polaren Oberflächen nicht völlig unspezifisch, z.B. mit Zeolithstrukturen, und verfälschen dadurch teilweise Aussagen über die Oberflächen und Porenstruktur. Im Labor ist man jedoch damit konfrontiert, neben Flüssigstickstoff auch noch Flüssigargon zu bevorraten oder aber auf die bessere Charakterisierungsmethode zu verzichten, die übrigens oft eine

wesentliche Messzeitverkürzung für Mikroporenanalysen verursacht. In Tabelle 1 sind wesentliche Gründe für unterschiedliche Messgase und alternative Messtemperaturen zusammengefasst.

Neben den Möglichkeiten aus Tabelle 1 gibt es ein Vielzahl weiterer spezieller Untersuchungen, welche teilweise ausschließlich der Bestimmung des Adsorptionsverhaltens dient. Hierzu werden einfach die adsorbierten Gasvolumina unterschiedlicher Proben bei definierten Drücken gegenübergestellt. Beispiele sind die Adsorption von Wasserstoff für Untersuchungen zur Wasserstoffspeicherung oder die Adsorption leichter Kohlenwasserstoffe.

Eine wesentliche Aufgabenstellung, welche durch die neue Kryostat-Option erstmals ausgiebig zugänglich ist, ist das Vermessen von Isothermen bei unterschiedlichen Temperaturen zur Bestimmung der isosteren Adsorptionswärme.

Die neue Option öffnet damit ein weites Feld thermodynamischer Auswertungen von Gasadsorptionsmessungen!

Messgas	Temperatur	Anwendung
Stickstoff	77 K	Standardmessungen zur Oberflächen- und Porenanalyse
Krypton	77 K	Bestimmung sehr kleiner Oberflächen
Wasserstoff	77 K	Bestimmung des Wasserstoffaufnahmevermögens
Argon	87 K	Mikroporenanalyse (Verkürzung der Messzeit und Vermeidung spezifischer Wechselwirkungen durch Verwendung von idealem Gas)
Kohlendioxid	195 K	Mikroporenanalyse (Vermeidung kinetischer Hemmungen bei Mikroporen < 0.5 nm)

Tabelle 1 Messgase, Messtemperaturen und Anwendungen für Gasadsorptionsmessungen

Der OPTISTAT DN-Kryostat ist speziell für das AUTOSORB-1 in Kooperation von QUANTACHROME Instruments mit OXFORD Instruments entwickelt worden. Technische Spezifikationen sind:

- Temperaturbereich 77 – 200 K,
- Temperaturstabilität 0,03 K (gemessen alle 10 Minuten),
- 1,8 Liter Flüssigstickstoffreservoir,
- Haltezeit für Flüssigstickstoff mindestens 24 Stunden.

Nutzen Sie zukünftig die Kryostat-Option für weitergehende wissenschaftliche Untersuchungen bzw. halten Sie sich diese zukunftsweisende Option zumindest offen!



Abbildung 1 Die neue, optionale Kryostat-Option für das AUTOSORB-1 erschließt den Temperaturbereich von 77 K bis 200 K für die Gasadsorption

Messen und Seminare



Abbildung 1 QUANTACHROME-Messestand, gut besucht von Interessenten an umfassender Partikelcharakterisierung, hier auf der POWTECH-Messe 2007 in Nürnberg

Wir begrüßen Sie gerne an unseren Ausstellungsständen zur

ANALYTICA 01.04.-04.04.2008
in München
Halle A2, Stand 544

POWTECH 30.09.-02.10.2008
in Nürnberg
Halle 9, Stand 502

**Weiterbildungsseminar
„Umfassende Charakterisierung
von Dispersionen“ mit Praxisteil
am 28. und 29. Mai 2008
in Odelzhausen**

28. Mai 2008
Partikelgrößenanalyse und Trocknungsverhalten von dünnen Schichten,

29. Mai 2008
Zetapotenzialbestimmung und Stabilität von Dispersionen

**Weiterbildungsseminar
„Charakterisierung feindisperser
und poröser Stoffsysteme“
vom 11. bis 13. November 2008
in Weimar**

Das Weiterbildungsseminar beschäftigt sich vertieft

am 11. November 2008
mit der „Charakterisierung von Oberflächen- und porösen Strukturen“,

am 12. November 2008
mit der „Partikelgrößenanalyse und Zetapotenzialbestimmung“ und

am 13. November 2008
mit der „Stabilität von Dispersionen und Trocknungsverhalten von dünnen Schichten“.

Informationen zum Programm und den Tagungsgebühren (auch für einzelne Tage) senden wir Ihnen auf Wunsch gerne zu, bitte nutzen Sie beiliegende Faxantwort oder fragen Sie per E-Mail bei info@quantachrome.de.



Abbildung 2 Dr. Nicolaas de Jaeger, vom INTERNATIONAL FINE PARTICLE RESEARCH INSTITUTE (I.F.P.R.I.) beim Vortrag auf unserem gut besuchten Partikelseminar in Zevenbergen/NL im November 2007

**Kolloquium mit Dr. Andrei Dukhin
zu den Grundlagen von Akustik und
Elektroakustik zur Charakterisierung
von Dispersionen in Originalkonzentration.**

Zeit und Ort werden noch bekannt gegeben.

**Kolloquium
mit Dr. Matthias Thommes
zum aktuellen Wissensstand bei der
Interpretation von Adsorptionsphänomenen
und Isothermen.**

Zeit und Ort werden noch bekannt gegeben.

Partikelseminare
(Teilnahme kostenlos) in
Darmstadt 22. April 2008
Leipzig 24. April 2008

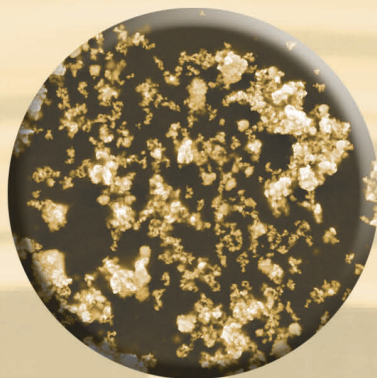
Weitere Informationen zu den Seminaren können Sie per beiliegender Faxantwort anfordern.

Impressum

Herausgeber:
Quantachrome GmbH & Co. KG
Rudolf-Diesel-Straße 12
85235 Odelzhausen
Telefon +49 8134-9324-0
Telefax +49 8134-9324-25
info@quantachrome.de
www.quantachrome.de

Redaktion:
Dr. Dietmar Klank

Abbildungen:
Quantachrome GmbH & Co. KG, Universität
Saarbrücken, Fotolia



Abbildungen:

Beispiel für schwer dispergierbare Agglomerate (wie im Artikel ab Seite 3 in dieser Partikelwelt 7 beschrieben): REM-Aufnahmen von Bleioxid-Partikeln zeigen stark verwachsene Agglomerate bis teilweise über $10\ \mu\text{m}$ sowie die Primärpartikel größtenteils im Submikrometerbereich. Der Durchmesser der obigen REM-Abbildung entspricht $40\ \mu\text{m}$, der Durchmesser der Abbildung unten $2,5\ \mu\text{m}$.



Wünschen Sie im Rahmen von Auftragsanalysen oder Methodenentwicklungen auch Bestätigungen durch bildgebende Verfahren (z.B. Lichtmikroskopie oder REM), so sprechen Sie unser Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse (LabSPA) gerne an → www.labspa.de



www.quantachrome.de