

PARTIKEL

WELT

Aktuelle Fachbeiträge von Quantachrome

Ausgabe 9 • September 2008

Partikelgröße und ISO 13320

Stabilität von Dispersionen

Trocknungsverhalten von Schichten

Oberflächen- und Porenanalyse

**Weiterbildungsseminar
in Weimar 11. - 13. November 2008**





Liebe Leserinnen und Leser,

die umfassende Charakterisierung von Dispersionen ist eine neue Stärke von QUANTACHROME, die in der Kosmetik, Pharmazie und Lebensmitteltechnologie, Keramik, Nanotechnologie oder für Zementdispersionen weiter zunehmend geschätzt wird. Dabei setzt sich die Stabilitätsanalyse von konzentrierten Dispersionen mit dem TURBISCAN erfolgreich durch, weil die Stabilität von Dispersionen ohne Verdünnung und ohne jedwede Krafteinwirkung untersucht wird. Krafteinwirkung kann komplexe Dispersionen so verändern, dass die Ergebnisinterpretation nicht mehr für jede Probe gesichert ist - genau deshalb wird sie im TURBISCAN nicht angewendet. Lesen Sie in dieser Partikelwelt über Untersuchungen von Lebensmittel-Dispersionen in Originalkonzentration.

40 Jahre QUANTACHROME INSTRUMENTS sind ein Jubiläum, um auch den technischen Höchststand auf dem Gebiet der Oberflächen- und Porenanalyse zu beleuchten. Vier Parallelmessungen für die Oberflächen- und Porenanalyse sind im QUADRASORB SI verwirklicht, wobei der Proben-durchsatz nicht dadurch limitiert ist, dass den Messzellen nur ein Dewargefäß zur Verfügung steht. Das HYDROSORB 1000 zur Untersuchung der Wasserdampfadsorption wird mit seinen Vorteilen ebenso vorgestellt wie das neue Dichtemessgerät ULTRAPYC

1200e und das CHEMBET PULSAR TPR/TPD zur automatischen Chemisorptionsanalyse von Katalysatoren – QUANTACHROME INSTRUMENTS feiert den Jahrestag mit Innovationen!

Auch im Bereich der Laserbeugung ist ein Geburtstag mit Innovationen zu feiern. Vor genau 40 Jahren hat CILAS diese Messmethode zur Partikelgrößenanalyse mit dem ersten kommerziellen Messgerät eingeführt. Auch heute bestimmt CILAS die Entwicklung weiter mit: Parallele Bestimmung von Partikelgröße und Partikelform mit dem optionalen Videomikroskop sind unübertroffen im Preis-Leistungsverhältnis und damit ein weiterer Grund, sich für CILAS-Messtechnik zu entscheiden.

Manche Leser(innen) werden fragen, wo ist die PARTIKELWELT 8 geblieben? Antwort: Die PARTIKELWELT 8 beschäftigt sich umfangreich mit der Bestimmung von Partikelgröße und Zetapotenzial sowie rheologischer Parameter in konzentrierten Dispersionen. Mit Beispielen und theoretischen Grundlagen ist Dr. Christian Oetzel (Leiter des LabSPA und der Produktgruppe DISPERSION TECHNOLOGY) eine umfangreiche und profunde Zusammenstellung zu den Messmethoden gelungen. Die PARTIKELWELT 8 finden Sie zum Herunterladen auf www.quantachrome.de bzw. erhalten Sie auf Wunsch als Heft kostenlos zugesendet.

Zum Schluss noch ein Hinweis auf unser 3-tägiges Weiterbildungsseminar im November 2008 in Weimar. Die Seminarthemen lesen Sie in dieser PARTIKELWELT – gerne heißen wir Sie in Weimar willkommen!

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

Ihr Dr. Dietmar Klank

Inhalt

Die Lösung von Messaufgaben durch Partikelgrößenmesstechnik, Teil 2: Empfehlungen der ISO 13320 zur Laserbeugung	.3
Einlesen von Siebdaten in CILAS-Partikelgrößensoftware	.8
Sonderaktion zum 40. Geburtstag von QUANTACHROME INSTRUMENTS	.8
Stabilität von Dispersionen und ihre Untersuchung in originalem Zustand, Teil 2: Untersuchungen zur Stabilität von Lebensmitteln	.9
LabSPA informiert: TURBISCAN AGS für Auftragsanalysen zur Stabilität von Dispersionen	.14
Gasadsorption mit dem QUADRASORB SI: Eine Probe – ein Dewar ... vier Proben – vier Dewars!	15
News: Neues vollautomatisches Instrument zur Katalysatorcharakterisierung: CHEMBET PULSAR TPD/TPR	.16
News: Die neueste Generation von automatischen Gaspyknometern: ULTRAPYCNOMETER 1200e und PENTAPYCNOMETER 5200e	.16
HORUS® - detaillierte Charakterisierung des Trocknungsverhaltens dünner Schichten, Teil 2	.17
HORUS®-News 1: Trocknungsverhalten: HORUS®-Protection-Box	.19
HORUS®-News 2: Trocknungsverhalten dunkler Schichten: Nahinfrarotlaser	.19
Über die Vorteile der Messung der Wasseraufnahme und -abgabe (Wasserdampfadsorption) mit dem HYDROSORB 1000 HT	.20
Literaturbesprechung	.21
Messen und Seminare	.22
Impressum	.23

Die Lösung von Messaufgaben durch Partikelgrößenmesstechnik

Teil 2: Empfehlungen der ISO 13320 zur Laserbeugung

Mit der Norm zur Laserbeugung ISO 13320-1 ist eine Grundlage gegeben, um Partikelgrößenanalysen durch Laserbeugung eine vergleichende Basis zu geben. Die Laserbeugung selbst wurde erstmals weltweit von der französischen High-tech-Firma CILAS im Jahre 1968 in ein kommerzielles Laserbeugungsmessgerät umgesetzt. Noch heute ist der Begriff Lasergranulometrie ein Synonym für die Laserbeugungsmethode und insbesondere in der Industrie ein so feststehender Begriff, dass ein entsprechendes Analysegerät oft noch ganz allgemein als CILAS-Lasergranulometer bezeichnet wird. Innovative CILAS-Lasertechnologie wird weltweit zur Charakterisierung von Kalkstein und Baustoffen (Gips, Zemente, Putze), von Oxiden (Aluminiumoxid, Eisenoxid oder verschiedenstes SiO₂, wie Glas, Sande, Quarz) und Metallen (Wolfram, Eisen oder Aluminium), von Bodenproben und Sedimenten, von Keramik (Gebrauchs-, Hochleistungs- oder Dentalkeramik), Pigmenten (Metall- oder organische), Kohlenstoffmaterialien (Graphit, Kohlen oder Aktivkohlen) oder Emulsionen aus dem Kosmetikbereich und der Lebensmitteltechnik sowie vielen weiteren feindispersen Stoffen eingesetzt. Dabei verfolgen Mühlenhersteller, Sieb- und Anlagenbauer mit CILAS-Technik ihre Mahlungs- und Sichtungsprozesse ebenso, wie hunderte CILAS-Granulometer im Bereich Qualitätskontrolle eingesetzt und geschätzt werden oder in der industriellen und universitären Forschung zu neuen Erkenntnissen beitragen.

Mit dem innovativen Schritt der Einführung kommerzieller Laserbeugungsgeräte durch CILAS am Ende der 60er Jahre war der Grundstein für die praktische Anwendung eines Messverfahrens zur Partikelgrößenanalyse gelegt, welches sich laut ISO 13320 dadurch auszeichnet, dass

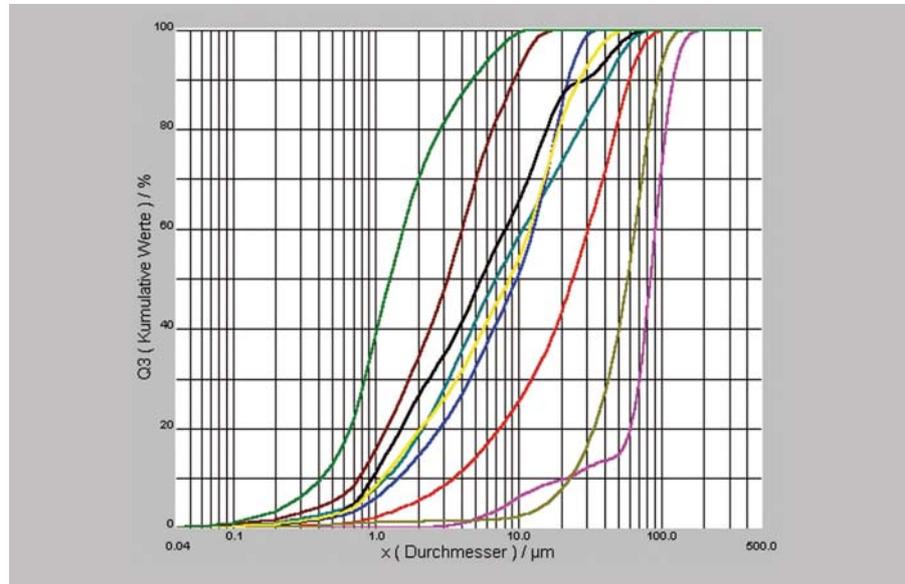


Abbildung 1 Partikelgrößenverteilungen unterschiedlicher Stoffgruppen, gemessen mit dem CILAS 1064L, in der Reihenfolge aufsteigender Partikeldurchmesser (D50-Werte): Zinkoxid, Titandioxid, Kalksteinmehl, Füllmaterial, Zement, Graphit, Lactose, Milchpulver, Kiesegel

- es auf verschiedene Arten partikulärer Systeme angewendet werden kann,
- schnell ist,
- automatisiert werden kann,
- verschiedene kommerzielle Messsysteme verfügbar sind.

Letzteren Punkt wissen viele CILAS-Gerätenutzer meist unbewusst zu schätzen, wenn sie sich für ein Analysegerät entscheiden, welches preiswerter eine bestimmte Messaufgabe lösen kann. Bei den aktuellen CILAS-Analysatoren sind dies die Geräteversionen CILAS 930e und CILAS 1064, welche gegenüber dem CILAS 1180 zwar bestimmte Möglichkeiten nicht bieten, dies jedoch überhaupt nicht ins Gewicht fällt, wenn die relevanten Aufgabenstellungen diese Möglichkeiten nicht vermissen lassen. Ein optimales Preis-Leistungsverhältnis ist zu Recht ein wichtiges Kriterium für eine Geräteentscheidung, zumal wenn man die exzellente CILAS-Dispergierung mit jedem Gerät inklusive bekommt!

Laserbeugung im Vergleich

Die Partikelgröße von Pulvern und Tröpfchen bestimmt maßgebliche Produkteigenschaften disperser Systeme, die für unterschiedlichste Applikationen entwickelt, eingesetzt oder weiterverarbeitet werden. Eine Partikelgrößenanalyse bildet eine wesentliche Grundlage der Charakterisierung von Pulvern, Suspensionen und Emulsionen. Reduzieren wir den Begriff auf das eigentliche Messprinzip, so können wir verschiedene Messverfahren aufzählen und nach verschiedenen Kriterien klassifizieren. Traditionelle Methoden wie die Siebung und Sedimentation werden nach wie vor zu Vergleichszwecken, z. B. zur Einteilung von geologischen Böden in Bodenklassen, oder auch wegen der Einfachheit bzw. teilweise preiswerten Anschaffung der notwendigen Utensilien (z.B. Siebe, Messzylinder) angewendet. Kommerzielle Sedimentation hat dagegen in den letzten Jahrzehnten gewaltige Marktanteile der kommerziellen Partikelgrößenanalyse verloren,



Abbildung 2
Das CILAS 1180LD zur komplexen Partikelgrößenanalyse nass und trocken über einen großen Messbereich mit zusätzlichen Informationen über Partikelformen

da diverse Vorteile der Methode deren Nachteile und die eingeschränkten Anwendungsgebiete der Methode nicht wettmachen können. Als Beispiel sei die Fraunhofer-Auswertung bei der Laserbeugung genannt, mit der im Gegensatz zur Sedimentation eine stoffdatenfreie Auswertung und damit auch die Messung von Stoffgemischen möglich ist – und Böden sind meist Stoffgemische!

Die Laserbeugung nach ISO 13320 gilt nicht als die Methode, die besondere Stärken im unteren Nanometerbereich besitzt. Hier hat für viele Aufgabenstellungen die akustische Spektrometrie wesentliche Vorteile, auch gegenüber diversen optischen Verfahren! Die Methode der Ultraschallabschwächung kann sowohl konzentrierte Dispersionen mit Partikeln im Nano- und Mikrometerbereich hervorragend charakterisieren als auch in Kombination mit anderen Messverfahren, wie Zetapotenzialbestimmung bei gleichzeitiger Messung von Leitfähigkeit, Temperatur und pH-Wert, zu umfassenderen Aussagen über die Dispersionen in Originalkonzentration führen. Wesentlicher Vorzug gegenüber den auf der Photonenkorrelationsspektroskopie (PCS) beruhenden Messverfahren ist die Tatsache, dass Sedimentationseffekte sich überhaupt nicht

negativ auswirken. Die Proben werden meist wie bei der Laserbeugung während des Umpumpens der Dispersion vermessen! Die PARTIKELWELT 8 beschäftigt sich ganz speziell und umfangreich mit der akustischen und elektroakustischen Methode zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung, des Zetapotenzials sowie rheologischer Parameter von Dispersionen in Originalkonzentration.

Diese PARTIKELWELT ist anzufordern bei info@quantachrome.de, unter „Partikelwelt“ von www.quantachrome.de herunterzuladen oder ist unter Nutzung der beiliegenden Faxantwort in einer umfangreichen und professionellen Ausgabe kostenlos bei QUANTACHROME erhältlich!

Die Lasergranulometrie besitzt ihre Stärke im Mikrometer- und oberen Submikrometerbereich und hat sich dort als Standardmethode durchgesetzt, die in ISO 13320 beschrieben ist. In diesem Beitrag wird sich bewusst an den Text der ISO 13320-1 gehalten und anhand wesentlicher Punkte auf die Möglichkeiten und die Durchführung der Laserbeugungsmethode eingegangen. Es werden jedoch auch einige Punkte kritisch betrachtet und bestimmte Grenzen aufgezeigt.

Planung von Partikelgrößenmessungen

Eine wesentliche Fragestellung zur Analyse von Partikelgrößenverteilungen betrifft die Definition der Aufgabenstellung. Diese kann nicht immer vom Gerätebediener vorgenommen werden, sondern bedarf der Kenntnis der zu charakterisierenden Prozesse. ISO 13320 führt dazu aus, dass die Laserbeugungsmethode nicht zwischen Einzelpartikeln und Partikelclus-

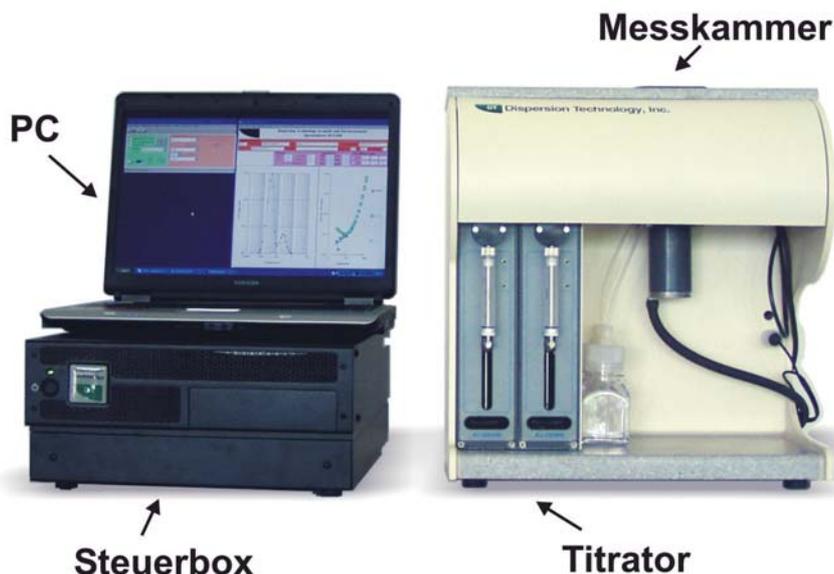


Abbildung 3
Das DT-1200 als Kombigerät (DT-100 + DT-300 + DT-600) für die Bestimmung der Partikelgrößenverteilung, des Zetapotenzials sowie rheologischer Eigenschaften von konzentrierten Dispersionen

tern, welche Agglomerate oder Aggregate bilden, unterscheiden kann. Für die meisten Proben soll die Primärpartikelgröße untersucht werden, so dass die Partikelcluster in diesen Fällen erst zu Primärpartikeln dispergiert werden müssen. Bei anderen Aufgabenstellungen, d.h. der gewünschten Untersuchung der Partikelcluster, Aggregate oder Agglomerate, muss dies immer angegeben werden, so dass bewusst keine oder eine sehr milde Dispergierung vorgenommen wird. Unnötige Missverständnisse können bereits hier vermieden werden, wenn z.B. im Rahmen von Auftragsanalytik die Messaufgaben klar beschrieben werden.

Entsprechend ISO 13320-1 (Kap. 6.2.1) beginnt die Untersuchung von Proben mit einer Probeninspektion. Dieser Punkt wird leider oft vernachlässigt und legt damit den Grundstein für diverse Missverständnisse. Mit einer visuellen Begutachtung unbekannter Proben bzw. deren Untersuchung mittels Mikroskop kann man nämlich oft den Messbereich eingrenzen. Außerdem gilt, dass man glaubt was man sieht. Bereits bei der Probeninspektion können CILAS-Vorteile ins Spiel kommen, da mit der im CILAS 1180 integrierten CCD-Kamera sowie dem für alle CILAS-Geräte verfügbaren optionalem Videomikroskop einige Zusatzmöglichkeiten zur Verfügung stehen. Auf diese Weise können bei Nutzung von CILAS-Technik für verschiedene Aufgabenstellungen die Inspektion von Proben mit der Laserbeugungsmessung kombiniert werden. Mit dem optionalen Videomikroskop wird der ISO 13320-1 bezüglich Probeninspektion besonders Genüge getan, indem zusätzlich zum Messergebnis der Laserbeugung eine Inspektion der Probe mittels Mikroskopie erfolgt. Die Aussagen beider Methoden können mit der entsprechenden CILAS-Software dann visuell anhand der Ergebnisse der Laserbeugung mit den Mikroskopbildern verglichen werden. Der Vergleich und die Interpretation kann sogar anhand einer Überlagerung der Partikelgrößenverteilungen aus Laserbeugung und mikroskopischer Bildauswertung in einer einheitlichen Software durchgeführt wer-

den! Beim CILAS 1180 können für die Grobanteile zusätzlich noch die Schattenbilder der CCD-Kamera hergenommen werden, die in jedem CILAS 1180 standardmäßig eingebaut ist.

Mit den genannten Möglichkeiten lassen sich nicht nur die Partikelgrößenbereiche visuell abschätzen, sondern man erhält gleichzeitig ohne oder mit moderatem Aufpreis Informationen zu den Partikelformen. Mit diesem Wissen lassen sich z.B. Unterschiede zur Siebanalyse wesentlich besser verstehen, da anhand der Partikelform auf Unterschiede zwischen den Messergebnissen verschiedener Methoden geschlussfolgert werden kann.

Auf die Wichtigkeit der Probenteilung wurde u.a. in PARTIKELWELT 6 bereits ausführlich hingewiesen. QUANTACHROME bietet hierfür den Microriffler, der Proben auf so geringe Mengen herunterteilen kann, wie sie u.a. für die Laserbeugung verwendet werden. Ein Microriffler müsste in fast jedem Labor stehen, in dem Pulveruntersuchungen durchgeführt werden. Der Probenteilung wird oft nicht gebührende Aufmerksamkeit zuteil – QUANTACHROME liefert die Technik dazu!

Theoretischer Hintergrund der Laserbeugung

Im Anhang A der ISO 13320 sind die theoretischen Grundlagen der Streuung von Laserlicht an Partikeln bzw. der Wechselwirkung zwischen Licht und Partikeln beschrieben. Die vier Arten der Wechselwirkung sind

- die Streuung an der Partikelkontur (Fraunhofer-Streuung),
- Reflektion an der Partikeloberfläche (sowohl an der äußeren als auch der inneren Oberfläche des Partikels),
- Beugung an der Fläche vom Medium zum Partikel und umgekehrt,
- Absorption im Partikel.

Diese Phänomene führen in ihrer Überlagerung zu charakteristischen Streumustern, welche von der Partikelgröße und Partikelform sowie den optischen Eigenschaften der Partikel abhängen. Beispiele für solche Beugungsmuster

sind in Abbildung 4 schematisch dargestellt. Es wird darauf hingewiesen, dass die Darstellungen nicht die tatsächlichen Maßstäbe der Intensitäten von groben und feinen Partikeln sowie zwischen dem jeweils 1. Maximum und den weiteren Intensitätsmaxima der Intensitätsverteilungen verdeutlichen. Man erkennt die Beugungsspektren unterschiedlich großer Einzelpartikel und das summarische Spektrum eines Partikelgrößengemisches aus feinen und gröberen Teilchen. Auf der x-Achse ist dabei der Winkel gegenüber der Richtung des Laserstrahls und auf der y-Achse die Lichtintensität aufgetragen. Links ist erkennbar, dass sich die Intensitätsmaxima kleinerer Partikel in Richtung größerer Winkel verschieben. Rechts ist die Summe der Lichtspektren des Partikelgrößengemisches verdeutlicht, so wie sie an den Detektoren gemessen wird. Daraus lässt sich über einen Matrix-Algorithmus die Partikelgrößenverteilung errechnen.

Deutlich wird, dass die höchste Intensität in Vorwärtsrichtung des Laserstrahls auftritt, es große Unterschiede zwischen den Intensitätsmaxima und -minima gibt sowie die Intensitätsmuster bei kugelförmigen Partikeln symmetrisch sind. Realisiert man durch die Messbedingungen, d.h. durch Arbeiten mit ausreichend verdünnten Dispersionen, dass Mehrfachstreuung des Lichtes im wesentlichen ausgeschlossen und eine ausreichende Partikelanzahl statistisch verteilt gemessen wird, so lassen sich die Intensitätsspektren von Partikelkollektiven auswerten. Die Beugungsmuster unterschiedlich großer Partikel sind bekannt. Aufgabe ist es, aus einer experimentellen Kurve (Lichtintensität in Abhängigkeit vom Winkel) den Anteil des theoretischen Spektrums aller Partikelgrößenklassen vom experimentell ermittelten Gesamtspektrum zu berechnen.

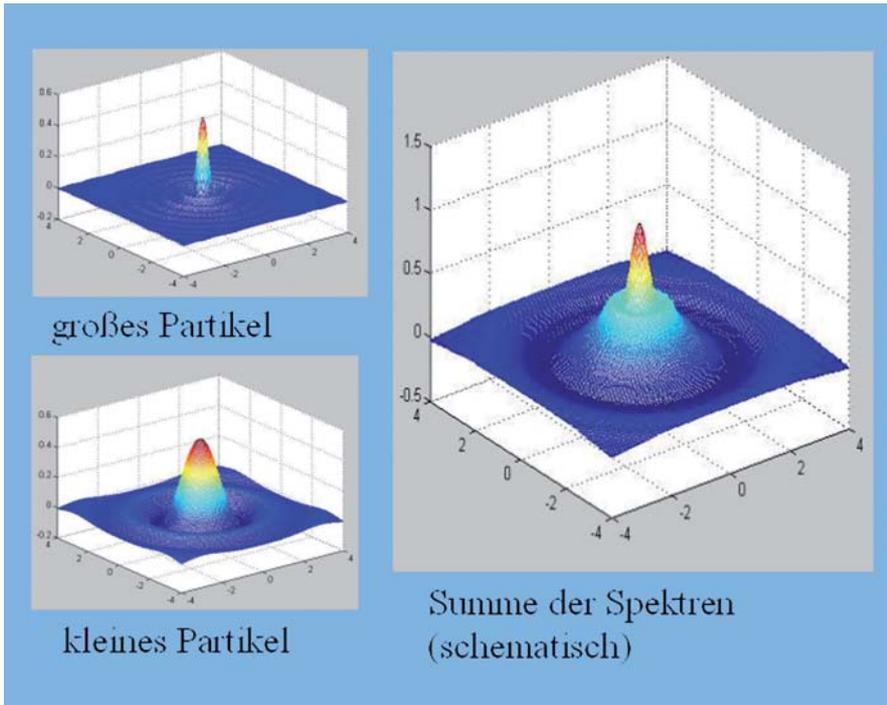


Abbildung 4
Einzellichtspektren aus unterschiedlich großen Partikeln (links)
und summarisches Lichtspektrum beider Partikel

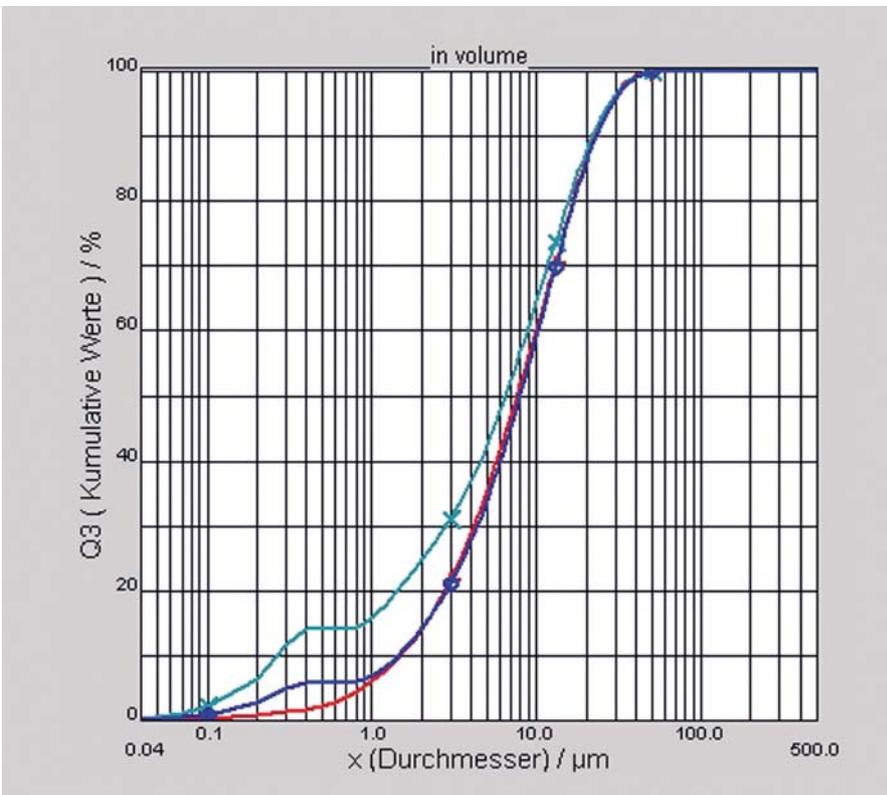


Abbildung 5
Bestimmung der Partikelgröße einer Kalkprobe nach Fraunhofer (rot) und Mie: Die ISO 13320 gibt einen Brechungsindex von 1,51 bis 1,65 an, blau (1,65) und türkis (1,51) unterscheiden sich deutlich.

Fraunhofer-Modell

Historisch gesehen war die Fraunhofer-Theorie die Grundlage für das erste optische Modell der Partikelgrößenbestimmung. Dabei wurde davon ausgegangen,

- dass die Partikel kugelförmig sind,
- dass alle Partikel so groß gegenüber der Wellenlänge des Lichtes sind, dass nur Lichtstreuung an der Kontur der Partikel auftritt,
- nur Lichtstreuung in naher Vorwärtsrichtung betrachtet wird, d.h. die Messwinkel waren relativ klein.

Die Fraunhofer-Methode ist mathematisch relativ einfach anzuwenden und hat als weiteren Vorteil, dass keine Stoffparameter der zu messenden Probe benötigt werden. Dies wird auch ausdrücklich in ISO 13320 anerkannt. Empfohlen wird das Fraunhofer-Modell wegen fehlender Stoffparameter in jedem Fall für Stoffgemische, da bei Gemischen keine sinnvollen Stoffparameter für die im Folgenden zu besprechende Mie-Theorie verfügbar sind. Vom wissenschaftlichen Standpunkt aus wird bei der Fraunhofer-Theorie nicht berücksichtigt, dass die Streuintensität kleiner werdender Partikel nicht nur von der Partikelgröße, sondern auch von anderen Effekten abhängt. Die Extinktionseffizienz relativ zur Projektionsfläche des Partikels wird als konstant angenommen. Damit wird bei der Fraunhofer-Näherung vernachlässigt, dass bei kleinen Partikeln die Streuintensität des Laserlichtes schneller abnimmt, als durch die geometrischen Projektionsflächen der kleinen Partikel vorausgesagt wird.

Mie-Modell

Die Mie-Theorie berücksichtigt die zusätzlichen die Streuintensität beeinflussenden Effekte. Damit ist die Mie-Theorie für kleine Partikel die wissenschaftlich richtigere Methode – sofern die entsprechenden Stoffdaten vorliegen und angewendet werden können. Oben wurde bereits darauf hingewiesen, dass dies für Stoffgemische nicht der Fall ist. Dies ist eine erste Einschränkung für die Anwendung der Mie-Theorie.

Für die Mie-Theorie wird der komplexe Brechungsindex der Partikel benötigt, der sich aus Realteil und Imaginärteil zusammensetzt. Der Imaginärteil des Brechungsindex beschreibt die Absorption des Lichtes durch das Partikel. Auch für reine Stoffe weist die ISO 13320 ausdrücklich darauf hin, dass die Kenntnis dieser Stoffdaten oft nicht gegeben ist. Besonders der Imaginärteil des Brechungsindex des Lichtes in Form des Absorptionskoeffizienten ist meist nicht bekannt. Es soll an dieser Stelle nicht pauschal gegen eine der beiden Theorien argumentiert werden - auch alle CILAS-Partikelgrößenmessgeräte bieten seit langem sowohl das Fraunhofer- als auch das Mie-Modell zur Auswertung an. Sehr einfach kann mit einem CILAS-Granulometer auch nach einer Messung das jeweils andere Auswertemodell angewendet und die Ergebnisse beider Modelle verglichen werden. Die Rohdaten einer Messung werden in einer Datenbank gespeichert, so dass ohne weitere Messung das entsprechende Auswertemodell auf die vorliegenden Rohdaten der Messung zugreift.

Es sollen hier aber anhand der ISO 13320 auch nicht die Problemstellungen der Mie-Auswertung heruntergespielt werden, da die nach wie vor breite Anwendung der Fraunhofer-Auswertung ja gerade darin eine wesentliche Ursache hat. Die ISO 13320 sagt dazu, dass besonders der Imaginärteil des Brechungsindex oft sehr stark von der Wellenlänge des Laserlichtes abhängt und mehr noch, dass auch viele kristalline Produkte Unterschiede im Brechungsindex in unterschiedlichen Kristallrichtungen zeigen! Wenn dann noch, wie in ISO 13320 aufgeführt, der Imaginärteil des Brechungsindex für Berechnungen der Oberflächenstruktur bzw. Oberflächenrauigkeit im Rahmen anderer Analyseverfahren hergenommen wird, bedeutet dies ja nichts anderes, als dass der Imaginärteil auch von diversen Oberflächenstrukturen abhängt, die kein Anwender der Laserbeugung als Korrektur für die Partikelgrößenverteilungen berücksichtigen kann!

hervor: Für ca. 75% der dort aufgeführten Feststoffe wird ein Bereich für den Brechungsindex (Realteil) statt einem festen Wert angegeben. Noch deutlicher das Bild beim Imaginärteil: Für ca. 90% der aufgeführten Feststoffe wird kein Wert angegeben, da für diese Stoffe kein Imaginärteil von der Literatur empfohlen wird! Wer also meint, dass der theoretisch richtigere Ansatz der Mie-Theorie zu einer klaren Empfehlung für die Partikelgrößenbestimmung führt, kann dies zumindest nicht auf der Grundlage der ISO 13320 behaupten. Wir schlagen uns deshalb meist auf die Seite der Praktiker und berücksichtigen bei der Auswahl des Auswertemodells möglichst viele Informationen nicht nur über die Probenarten selbst, sondern z.B. auch über Traditionen beim Ergebnisvergleich. Wer die Stoffparameter seiner Produkte nicht verfügbar hat, aus welchem der oben genannten Gründe auch immer (Stoffgemische, großer Schwankungsbereich des Brechungsindex, nichtverfügbarer Imaginärteil, verschiedene Kristallorientierungen oder völlig unterschiedliche Partikelrauigkeiten), wird eher zur traditionellen Fraunhofer-Näherung neigen.

Wenn außerdem Datenblätter als Basis für Qualitätsbewertungen verschiedener Rohstoffe und Produkte z.B. aufgrund bewährter CILAS-Messtechnik teilweise seit Jahrzehnten Ergebnisse der Fraunhofer-Auswertung ausweisen, neigt man auch deshalb nicht zu einem unbegründeten Wechsel der Berechnungsmethode.

Bei stofflich reinen und sehr kleinen Partikeln, insbesondere im Nanometerbereich, wird sich der Geräthenutzer eher für die Mie-Theorie entscheiden, besonders wenn der Brechungsindex seiner Produkte nahe am Brechungsindex der Flüssigkeit liegt. Denn auch dies erfährt man aus der ISO 13320 (und eigenen vergleichenden Untersuchungen mit einem CILAS-Lasergranulometer): Die Unterschiede zwischen Ergebnissen der Fraunhofer- und Mie-Auswertung werden umso größer, je dichter die Brechungsindizes von Partikel und Medium beieinanderliegen. Damit wird manche Tradition für die Anwendung der Fraunhofer-Methode auch wissenschaftlich verständlich: Viele mineralische Partikel besitzen einen deutlich größeren Brechungsindex als das Wasser, in dem sie

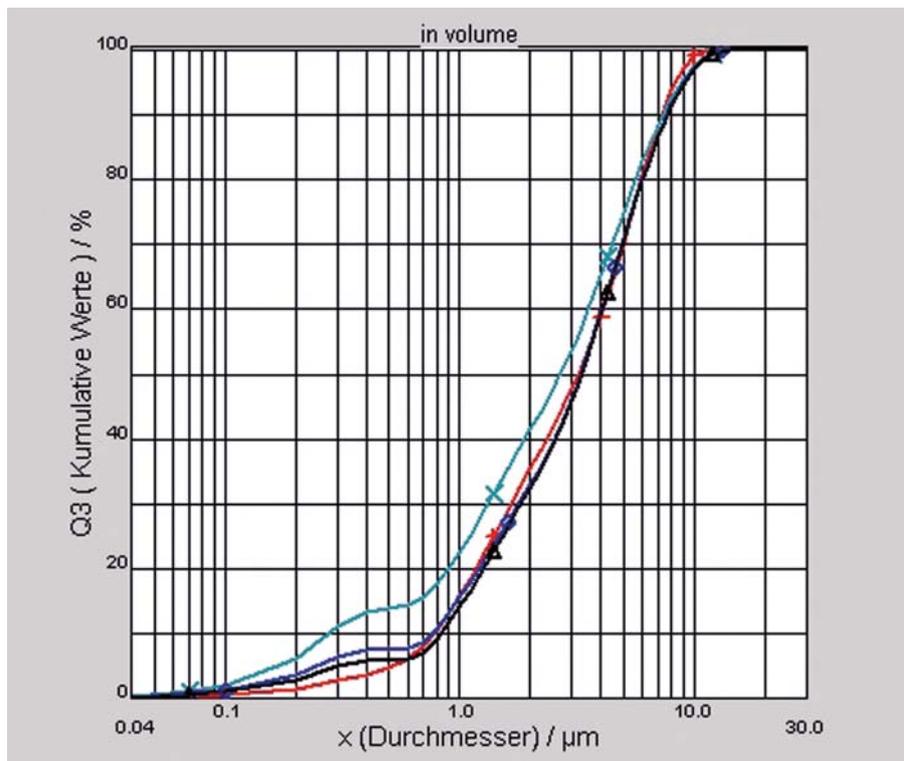


Abbildung 6

Bestimmung der Partikelgröße von Ruß: Die ISO 13320 empfiehlt Brechungsindizes von 1,6 – 2,0 (Realteil) und 0,3 – 0,8i (Imaginärteil). Die Kurven zeigen die Auswertung nach Fraunhofer (rot) sowie Mie: 1,6-0,3i (türkis), 2,0-0,3i (blau) sowie 2,0-0,8i (schwarz).

Das geschilderte Problem geht deutlich aus dem Anhang D.2 der ISO 13320

gemessen werden. Großer Unterschied im Brechungsindex bedeutet aber gute Ergebnisse auch mit der Fraunhofer-Näherung im relativ feinen Partikelgrößenbereich. Kein Wunder also, dass feine Oxide, Carbide, Carbonate oder Sulfate als Stoffe mit relativ hohen Brechungsindizes sehr häufig, traditionell und auch weiterhin mit der Fraunhofer-Methode beschrieben werden. CILAS-Analysatoren sind für solche Anwendungen standardmäßig auf Fraunhofer eingestellt. Mit einem einzigen Mausklick in der Software lässt sich aber erstens diese Einstellung umkehren und desweiteren mit der integrierten Stoffdatenbank auf Parameter für die Mie-Auswertung zugreifen oder neue Stoffe einfach für die Mie-Auswertung in die Datenbank aufnehmen. Dies ist Standard für alle CILAS-Geräteversionen!

Fazit

Mit der Laserbeugung hat sich seit Einführung des ersten kommerziellen Messgerätes durch CILAS vor 40 Jahren eine Messmethode durchgesetzt, die feindisperse Stoffsysteme in Form von Emulsionen, Suspensionen oder als trockene Pulver schnell und über einen großen Messbereich charakterisieren kann. Mit der ISO 13320 ist eine Norm gegeben, die zwar keine allgemeingültige Anleitung für die Messung und Auswertung jeder Probenart enthalten kann, aber den theoretischen und praktischen Kenntnisstand gut verdeutlicht. Mit der Fraunhofer- und der Mie-Theorie liegen zwei grundlegende Auswertemodelle vor, die in allen CILAS-Granulometern mit einem Mausklick anwählbar sind und entsprechend ISO 13320 mit Berücksichtigung

der zu beachtenden Fragestellungen angewendet werden.

Unser Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse (LabSPA) hat die Messtechnik mit allen Optionen (Nass- und Trockenmodule, integrierte Videomikroskope, internen und externen Ultraschall verschiedener Stärken, DT-300 als Zetapotenzialmessgerät zur Untersuchung der stabilen Bereiche einer Dispersion, Kleinvolumeneinheit, Dispergiertelaufbereitungsanlage u.a.) zur Verfügung. Mit unseren Erfahrungen für viele Stoffgruppen können wir mit Test- oder Auftragsmessungen sowie kompletten Methodenentwicklungen behilflich sein – sprechen Sie uns an!

News

Einlesen von Siebdaten in CILAS-Partikelgrößensoftware

Die Verarbeitung von Messergebnissen aus der Laserbeugung und der Siebung ist für manche Aufgabenstellung sinnvoll, wenn sich die Korngrößenverteilungen bis in den Grobbereich erstrecken. Diese kombinierte Datenauswertung war auch bisher schon mit der CILAS-Software möglich, indem die Siebdaten in die CILAS-Software eingegeben wurden. Neu ist nun, dass auch Datenfiles von Siebmessgeräten (Siebtürmen) zusammen mit CILAS-Messdaten einfach in eine Zusatzsoftware eingelesen, einheitlich dargestellt und im Rahmen von Korngrößenanalysen ausgewertet werden können. Die Vorgehensweise ist auch bei unterschiedlichen Siebmaschinen sehr einfach. Übermitteln Sie uns Messdatenfiles Ihrer Siebmaschine und wir integrieren das entsprechende Datenformat in die Zusatzsoftware für Ihr neues CILAS-Partikelgrößenmessgerät. Auf diese Weise wählen Sie nur noch die Datenfiles Ihres CILAS-Granulometers und Ihrer Siebmaschine aus und erhalten damit auf einfachem Wege die Komplettauswertung Ihrer Korngrößen-

Sonderaktion

Zum 40. Geburtstag von QUANTACHROME INSTRUMENTS

Seit 40 Jahren ist QUANTACHROME INSTRUMENTS, USA, als Gerätehersteller im Bereich Oberflächen- und Porenanalyse tätig und hat die Entwicklung moderner Messtechnik auf diesem Gebiet maßgeblich mitbestimmt. Aus Anlass des 40. Geburtstages von QUANTACHROME INSTRUMENTS möchten wir mit einer Sonderaktion im Bereich Oberflächen- und Porenanalyse Interessenten den Zugang zu BET-Messungen erleichtern, insbesondere für Einsteiger, als Praktikumsgerät oder besonders für die schnelle Qualitätskontrolle von verschiedensten Produkten und Rohstoffen.

MONOSORB

BET-Einstiegsmodell, vollautomatisch, schnellste Messung durch dynamisches Messprinzip, Einpunkt-BET-Methode, integrierte Probenvorbereitung, einfache Kalibrierung: **Sonderpreis bis 31.12.2008 auf Anfrage!**

Abbildung

Das MONOSORB von QUANTACHROME als Einstiegsmodell in die Oberflächenbestimmung nach der BET-Methode



Stabilität von Dispersionen und ihre Untersuchung im originalen Zustand

Teil 2: Untersuchungen zur Stabilität von Lebensmitteln

Uwe Boetcher, QUANTACHROME GmbH & Co. KG



Einleitung

Emulsionen spielen in der Lebensmittelindustrie eine sehr große Rolle: Von jeher werden Emulsionen mit pflanzlichen bzw. tierischen Fetten und Ölen konsumiert. Zentraler Ausgangspunkt für eine große Produktpalette ist die Rohmilch, eine O/W- (Öl-in-Wasser-) Emulsion. Aus Milch wird Butter, eine W/O- (Wasser-in-Öl-) Emulsion, hergestellt bzw. eine Vielzahl anderer Erzeugnisse wie Joghurt, Käse, Kondensmilch, Quark und Sahne. Auf Basis von Pflanzenöl seien nur Salatsoßen und Mayonnaise genannt. Eine Übersicht und Einführung zu Lebensmittelemissionen bieten beispielsweise [1] und [2].

Neben dem Mindesthaltbarkeitsdatum ist die Stabilität der hergestellten Emulsionen von entscheidender Bedeutung. Deshalb wird beispielsweise die rohe Kuhmilch, in der recht schnell Aufrahmung stattfindet, in den Molkereien homogenisiert, also eine kleinere Öltröpfchengröße eingestellt. Neben der Aufrahmung ist noch der Prozess der Ostwaldreifung, Flokkulation und der Koaleszenz zu nennen. Alle zusammen herrschen in instabilen Systemen vor und führen letztendlich zum sogenannten Brechen der Emulsion. Für die Herstellung neuer Produkte, aber auch die Qualitätskontrolle müssen diese Prozesse verstanden und quantifiziert werden, um eine optimale Zusammenstellung der Emulsion zu erreichen. Dies ist mit dem TURBISCAN möglich.

Eine Verwendung von Verdicker oder die Verringerung der Dichtedifferenz zwischen innerer und äußerer Phase kann beispielsweise eine Entmischung verlangsamen. In [3] werden unter anderem TURBISCAN-Messergebnisse zur Verdeutlichung des Einflusses von Verdicker auf den Separierungsprozess einer 1%igen O/W Emulsion sowie der Einfluss bei Änderung der Dichtedifferenzen zwischen beiden Phasen untersucht. In dem vorliegenden Artikel werden handelsübliche Emulsionen aus dem Supermarkt auf ihre Stabilität hin geprüft.

TURBISCAN-Messprinzip

In PARTIKELWELT 7 wurde bereits über diese Messmethode berichtet. Deshalb soll hier nur kurz darauf eingegangen werden (Bei Bedarf fordern Sie bitte ein Exemplar bei uns an oder laden Sie sich die PARTIKELWELT 7 von www.quantachrome.de):

Infrarotes Licht trifft auf die in einer Glasküvette befindliche Dispersion. Das reflektierte Licht wird von einem Detektor erfasst und ausgewertet. Ebenso wird bei transparenten Substanzen das Licht detektiert, das die Messzelle passiert. Durch das vertikale Abscannen der Probe werden ihre ört-

lichen Unterschiede, hervorgerufen durch Partikelmigration oder Partikelwachstum, erfasst. Dabei wird alle 40 µm 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.

Für die Bestimmung der mittleren Teilchengröße aus der Rückstreuung wird die Mie-Theorie verwendet, bei Verwendung der Transmission das Lambert-Beer-Gesetz. Dafür müssen die Lichtbrechungsindizes beider Phasen sowie die Konzentration der dispergierten Phase bekannt sein. Der hydrodynamische Durchmesser der Teilchen ist anhand des modifizierten Stokes-Gesetzes bei hohen Konzentrationen berechenbar [4].

Die Ageing Station (AGS)

Die Ageing Station ist ein Multisampler: Bis zu 54 Proben können in 3 Blöcken platziert werden, wobei die Temperatur dieser unabhängig voneinander regelbar ist (Temperaturbereich: 25-60°C). Abbildung 1 zeigt die TURBISCAN



Abbildung 1 TURBISCAN mit Ageing Station

Ageing Station der Firma FORMULACTION. Der sich in sanft beschleunigten Geschwindigkeiten bewegendem Roboterarm befördert die Messzellen in den TURBISCAN (links im Bild). Dort werden sie gemessen und anschließend wieder an ihren Platz zurückgestellt. Ein Barcode-Lesegerät sorgt für die eindeutige Identifizierung der etikettierten Proben. Die Auswertemöglichkeiten per Software sind dieselben wie für die Software Tlab Expert: es können die Rückstreuungs- und Transmissionsmessungen ausgewertet werden. Somit ist ein allmählicher Entmischungsvorgang mit steigender Transparenz der Probe gut zu verfolgen. Die Höhe der Sediment- bzw. Aufrahmschichten wird mit dem TURBISCAN zuverlässig in ihrer zeitlichen Entwicklung detektiert. Direkt daraus können Migrationsgeschwindigkeiten berechnet werden. Zur besseren Übersichtlichkeit können ähnliche Proben in Gruppen zusammengefasst werden.

Die Ageing Station beinhaltet einen PC und der Datentransfer ist über ein internes Firmennetzwerk oder USB-Schnittstelle möglich. Eine Kurzübersicht der technischen Details zeigt Tabelle 1. Die Ageing Station bietet die Möglichkeit, die Stabilität von zu gleicher Zeit hergestellten Formulierungen bei drei verschiedenen Temperaturen zu messen.

Durchführung

Die direkt aus dem Supermarkt bezogenen Proben wurden im Falle eines entsprechenden Hinweises auf der jeweiligen Packung aufgeschüttelt und anschließend 20 ml davon in die Messzellen abgefüllt und verschlossen.

Tabelle 2 zeigt eine Übersicht der untersuchten Proben sowie die Messbedingungen. Abbildung 2 zeigt die Proben selbst.

Ergebnisse

Im Folgenden werden die Ergebnisse der Analysen von drei Fertiggaffees aus der Dose, drei Milchdrinks sowie von Karottensaft dargestellt.

Hersteller	FORMULACTION, Frankreich
Probenmenge	20 ml (analog zum TURBISCAN)
Maximale Probenkapazität	54
Temperaturblöcke	3
Temperaturbereich	30 - 60°C
Probenanzahl pro Block	18
Wellenlänge der Laserdiode	850 nm
Maximaler Probendurchsatz pro Stunde	80
Gleichzeitiges Arbeiten mehrerer Anwender	ja

Tabelle 1 Technische Daten der Ageing Station



Abbildung 2 Messzellen mit den untersuchten Proben. V.l.n.r.: Milchdrinks: Erdbeer, Schoko und Banane; Karottensaft und Fertigkaffee Vanilla.

Probe	T/°C	Messzeitraum in der AGS	Messintervall
Schokoladenmilchdrink	30 ± 1	31 h	40 min
Fertigkaffee, Vanilla	30 ± 1	31 h	15 min
Fertigkaffee, Vanilla	40 ± 1	31 h	15 min
Fertigkaffee, Vanilla	50 ± 1	31 h	15 min
Fertigkaffee, Latte macchiato	30 ± 1	31 h	30 min
Fertigkaffee, Latte macchiato	40 ± 1	31 h	30 min
Fertigkaffee, Latte macchiato	50 ± 1	31 h	30 min
Fertigkaffee, White	30 ± 1	31 h	15 min
Fertigkaffee, White	40 ± 1	31 h	15 min
Fertigkaffee, White	50 ± 1	31 h	15 min
Karottensaft	30 ± 1	5d 23h	30 min

Tabelle 2 Probenübersicht und Messbedingungen in der AGS

Fertigkaffees

Abbildung 3 zeigt die Rückstreuungs-kurve von Fertigkaffee Vanilla im Referenzmodus. Die Ordinate zeigt die Intensität des rückgestreuten Lichts an, die Abszisse die Höhe der Küvette – also ist der Meniskus der Probe rechts im Bild. Anhand der Legende rechts lassen sich die Farben der Kurven zeitlich zuordnen. Der jeweils letzte Scan ist in rot.



Beim Referenzmodus werden die Intensitäten der Rückstreuung des ersten Scans (oder auch eines beliebigen anderen Scans) von jedem Scan subtrahiert. Somit ist in diesem Modus eine Veränderung in der Dispersion seit dem Start der Messung für den Nutzer optisch gut nachvollziehbar. Beispielsweise ist in Abbildung 3 erkennbar, dass die Rückstreuung im Bodenbereich der Küvette (linker Bereich der Abszisse) mit der Zeit ansteigt. Für Teilchen, die keine Lichtabsorption bei der verwendeten Wellenlänge aufweisen, bedeutet dies, dass Sedimentation stattfindet. Die Anzahl der streuenden Teilchen im Bodenbereich erhöht sich und führt deshalb zu einem Anstieg des Rückstreuungssignals. Im mittleren Bereich der Küvette ist ein Absinken der Intensitäten zu verzeichnen. Dies wird durch Partikelwachstum hervorgerufen: viele kleine lichtstreuende Teilchen koaleszieren, flokkulieren oder aggregieren zu weniger größeren Teilchen. Bei ausreichend transparenten Proben würden die Transmissionskurven zur Auswertung verwendet werden.

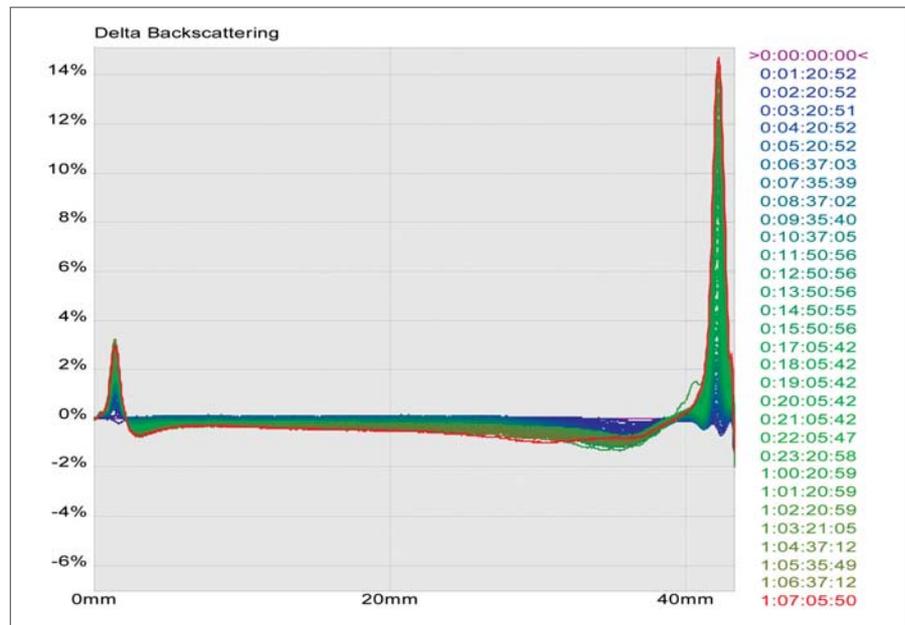


Abbildung 3 Fertigkaffee Vanilla, 30°C: Rückstreuungskurven im Referenzmodus. Messdauer: 31 h

Abbildung 4 zeigt die aus den Rückstreuungskurven gewonnenen Stabilitätskurven vom Fertigkaffee Vanilla bei 30°C, 40°C und 50°C innerhalb von 40 Stunden für den unteren Küvettenbereich (Sedimentation). Wie zu erwarten ist, weist die Probe bei 50°C (blaue Kurve) die größte Steigung auf. Die berechneten einheitslosen TURBISCAN Stability Indices (TSI) sind 0,30 (30°C), 0,39 (40°C) und 0,47 (50°C).



Abbildung 4 Stabilitätskurven des Bodenbereichs der Probe Fertigkaffee Vanilla. Grün: 30°C, rot: 40°C, blau: 50°C

Probe	30°C	40°C	50°C
Vanilla	0,634	0,541	0,514
White	6,000	5,500	4,300
Latte macchiato	0,372	1,714	1,027

Tabelle 3
Mittlere Geschwindigkeiten des Sedimentwachstums (in mm/d) der 3 Fertigkaffees innerhalb der ersten 7 h.

Tabelle 3 listet die Sedimentwachstumsgeschwindigkeiten der drei Proben bei drei unterschiedlichen Temperaturen und Abbildung 5 zeigt diese Werte grafisch. Interessant ist, dass bei diesen Proben unterschiedliches Verhalten vorliegt: Während Probe Vanilla eine bei Temperaturerhöhung unwesentliche Verringerung der Geschwindigkeit zeigt, ist diese bei Probe White deutlich. Für Latte macchiato zeigt sich ein uneinheitlicher Trend.

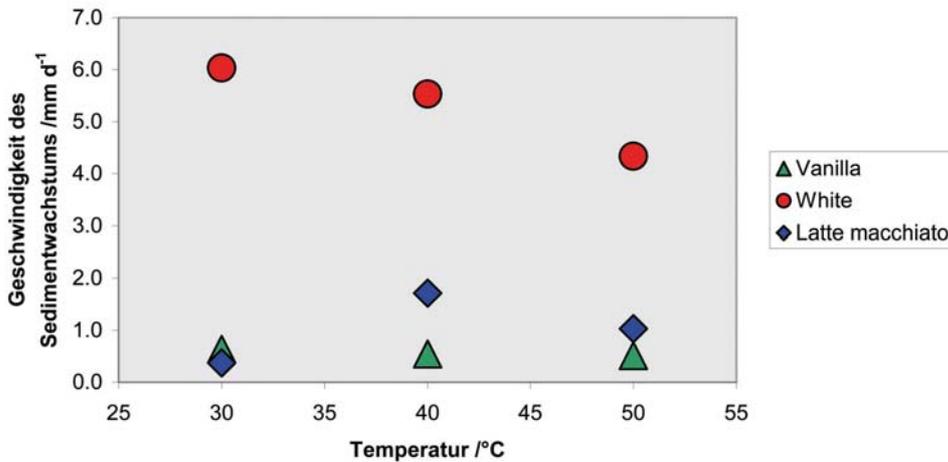


Abbildung 5 Sedimentwachstumsgeschwindigkeiten der 3 Proben bei steigender Temperatur.

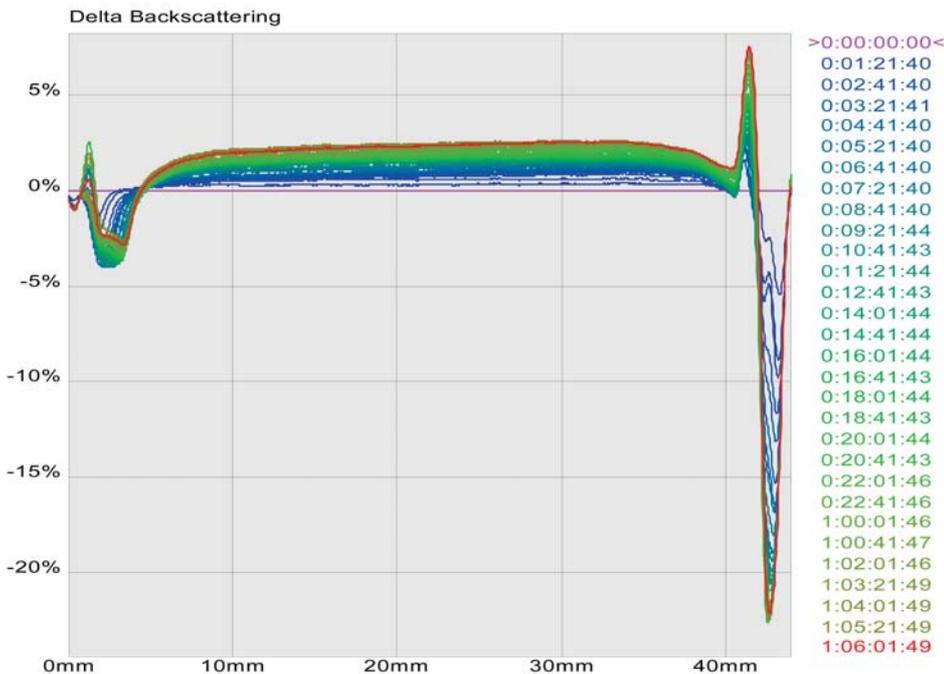


Abbildung 6 Entwicklung der Rückstreuungskurve im Referenzmodus der Probe Schoko.

Zu unterscheiden ist generell zwischen Sedimentationsgeschwindigkeit und Geschwindigkeit des Wachstums des Sediments. Beide müssen nicht gleich sein, da innerhalb des bereits gebildeten Sediments noch Vorgänge ablaufen, die beispielsweise zu einer dichteren Packung führen können. Des Weiteren ist die Sedimentationsgeschwindigkeit der Teilchen abhängig vom Ort der Betrachtung: Teilchen, die von ganz oben absinken, werden irgendwann auf dem Weg nach unten gebremst, da sie in Regionen höherer Konzentrationen gelangen – es liegt also ein Geschwindigkeitsgradient vor.

Milchdrink Schoko

Bei dieser bei 30°C gemessenen Probe findet sich der Hinweis „Vor Gebrauch gut schütteln!“ auf der Packung. Durch diese mechanische Einwirkung auf die Probe wird gebildetes Sediment aufgeschlämmt, aber es können auch gebildete Flocken oder Aggregate zerklünnert werden. Es ist also Sedimentation und erneute Bildung von Aggregaten denkbar und des Weiteren Aufwärtsbewegung der Öltröpfchen (Creaming), die allerdings im Vergleich zur Sedimentation aufgrund geringer Teilchengröße deutlich geringer ausfallen sollte.

Bei der Betrachtung der Rückstreuungsintensitäten des mittleren Bereichs der Probe können Änderungen in der Teilchengröße erkannt werden: Im Falle von Teilchenwachstum aufgrund von Koaleszenz oder Flockung sinkt bei Vorhandensein nicht lichtabsorbierender Teilchen im Mikrometerbereich mit der Zeit die Intensität des Rückstreuungssignals. Kakaopartikel jedoch absorbieren aufgrund ihrer dunklen Farbe Licht. Somit kommt es hier zum umgekehrten Fall, dass bei Teilchenwachstum das Signal ansteigt.

Abbildung 6 zeigt die Rückstreuungskurve im Referenzmodus der Probe Schoko. Zu erkennen ist ein Minimum im Bodenbereich und ein Maximum im Meniskusbereich. Im mittleren Abschnitt findet sich ein Anstieg der Intensitäten aufgrund des eben genannten Teilchenwachstums bzw. wegen Sedimentation. Abbildung 7 zeigt die zeitliche Entwicklung der mitt-



leren Intensität im mittleren Bereich der Probe (10 – 25 mm).

Karottensaft

Da auf der Verpackung dieser Probe der Hinweis zu finden ist „vor Verzehr bitte Schütteln“, ist anzunehmen, dass eine nicht unwesentliche Bildung von Sediment zu erwarten ist. In der Tat bestätigt die TURBISCAN-Messung diese Vermutung. Der größte Teil der Sedimentation findet innerhalb eines Tages statt. Abbildung 8 zeigt die aus dem bodennahen Peak der Rückstreuungskurven gewonnene Kurve der Sedimentdicke. Die Geschwindigkeit des Sedimentwachstums beträgt hier innerhalb des ersten Tages 2,5 mm/d und in den nächsten fünf Tagen nur noch 0,09 mm/d.

Fazit

Mit der TURBISCAN Ageing Station lassen sich Langzeitanalysen bei konstanten Temperaturen vollautomatisch durchführen. Destabilisierungsprozesse wie Sedimentation, Aufrahmen und Koaleszenz bzw. Flockung werden erfasst. Auch bei lichtundurchlässigen Proben führt der TURBISCAN zu einer Probencharakterisierung, wie anhand der zeitabhängigen Rückstreuprofile (Backscattering) gezeigt wurde. Damit stehen mit dem TURBISCAN und dem Kombigerät TURBISCAN AGS hervorragende Möglichkeiten zur Verfügung, die Stabilität von Dispersionen, nicht nur aus dem Lebensmittelbereich, zu untersuchen und unter originalen Lagerungsbedingungen zu bewerten.

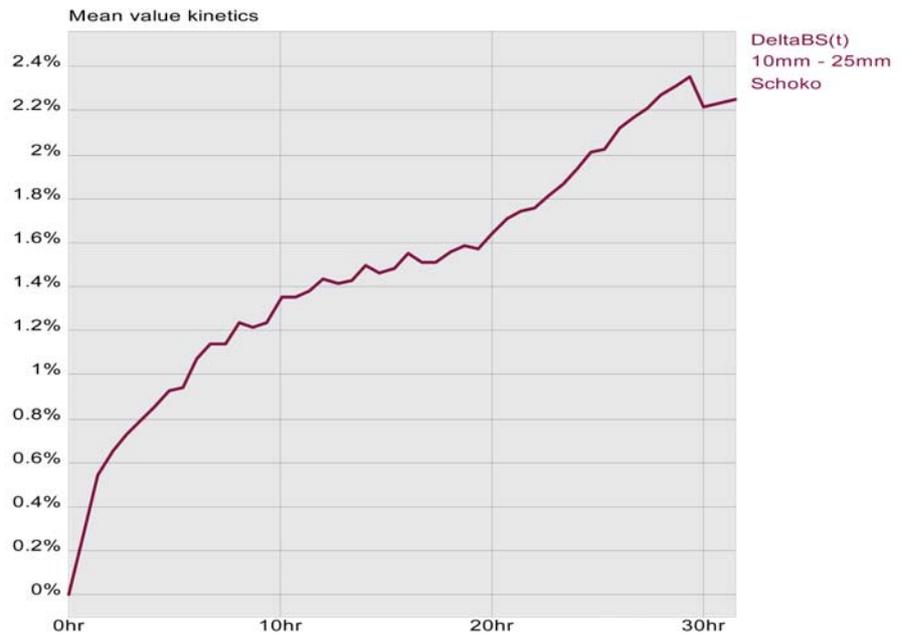


Abbildung 7 Mittelwert der Rückstreuung im mittleren Bereich der Probe. Berechnung der Kurve erfolgt aus den Daten von Abbildung 6.

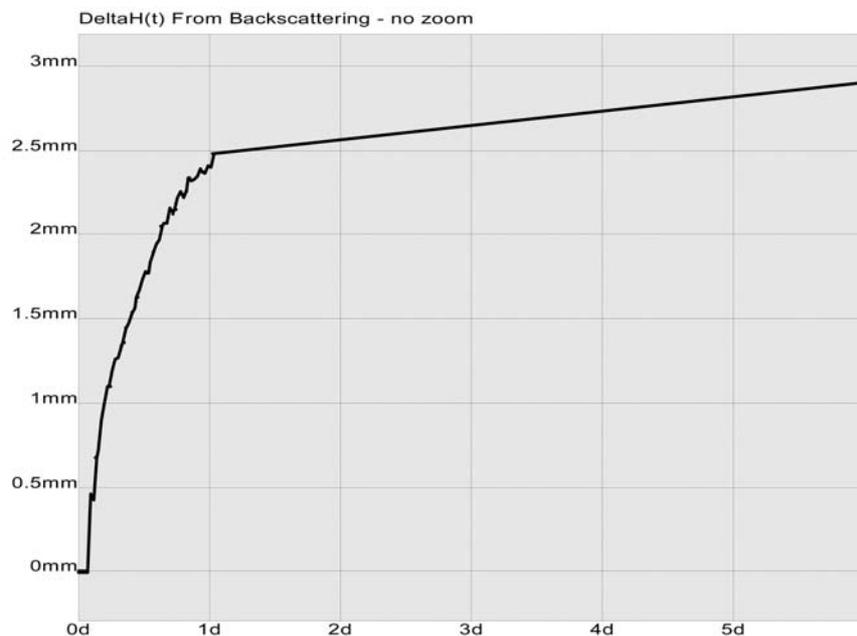


Abbildung 8 Wachstum des Sediments des Karottensaftes innerhalb von 6 Tagen.

Literatur

[1] Lynch, M. J., Griffin, W. C. in: Lissant, K. J. (ed.), "Emulsions and Emulsion Technology", Kap. 5 "Food Emulsions", (2 Bde.), Dekker, New York 1974.

[2] Dickinson, E. (ed.), "Food Emulsions and Foams", Royal Society of chemistry, London, 1987.

[3] Chanamai, R., McClements, D. J., "Impact of Weighting Agents and Sucrose on Gravitational Separation of Beverage Emulsions", J. Agric. Food Chem. 48, 2000, 5561-5565.

[4] Snabre, P. Mills, P., "Settling of a suspension of hard spheres", Q. Europhysic Letters 25, 9, 651-656, 1994.

LabSPA informiert

TURBISCAN AGS für Auftragsanalysen zur Stabilität von Dispersionen

Das Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse (LabSPA) hat die jüngst erweiterte Laborfläche genutzt und weitere Messtechnik zur Charakterisierung von Originaldispersionen in Betrieb genommen. Die TURBISCAN Ageing Station (TURBISCAN AGS) ermöglicht im LabSPA ab sofort die vollautomatische kontinuierliche Untersuchung von Proben wie Lebensmittel, Kosmetik, pharmazeutische Produkte und andere Dispersionen. Diese Stabilitätsuntersuchungen, die auch nachts und über das Wochenende kontinuierlich fortgeführt werden können, sind außerdem bei drei unterschiedlichen Lagerungstemperaturen parallel möglich. Mit einem solchen Messprogramm hat man dann nicht nur die Stabilitätsauswertungen von Proben bei einer oder mehreren Lagerungstemperaturen verfügbar, sondern kann auch sicher sein, dass die Dispersionen keinen zusätzlichen Kräften ausgesetzt wurden. Die Untersuchungen erfolgen somit unter originalen Lagerungsbedingungen! Auch bei komplexen Dispersionen hat die Dateninterpretation dadurch eine gesicherte Grundlage!



Abbildung 1

Die vollautomatische Station TURBISCAN AGS im jüngst erweiterten Bereich des Labors für wissenschaftliche Partikelanalyse (LabSPA), ab sofort verfügbar für Auftragsmessungen.

Das LabSPA gewährt zur Einführung des TURBISCAN AGS in unsere Auftragsanalytik einen Bonus:

Bei Auftragsmessungen bis zum 31.03.2009 wird die Stabilitätsanalyse von Dispersionen bei einer zusätzlichen Temperatur kostenlos durchge-

führt. Für die Messung von Dispersionen bei 2 Temperaturen werden also nur Messungen bei einer Temperatur berechnet – nutzen Sie dieses Sonderangebot für die Charakterisierung Ihrer Originaldispersionen!



Abbildung 2 Messgeräte NOVAe und QUADRASORB SI im Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse (LabSPA) im Einsatz zur Oberflächen- und Porenanalyse.

Gasadsorption mit dem QUADRASORB SI: Eine Probe – ein Dewar ... vier Proben – vier Dewars!

Adsorptionsmesstechnik zur Oberflächen- und Porenanalyse ermöglicht die Anwendung der Gasadsorption als Standardmethode in vielen Bereichen, wie bei der Charakterisierung synthetisch hergestellter Nanomaterialien, von keramischen Pulvern und Baustoffen, Polymeren, Adsorbentien oder Katalysatoren. Mehrstationenmessgeräte bringen einen Vorteil für den Probandurchsatz zur Bestimmung von BET-Oberflächen und Porenanalysen. Doch durchdenkt man manche Aufgabenstellungen genauer, so ist vor allem Flexibilität gefragt! Oft sind typische Erfordernisse, denen man Rechnung tragen muss:

- hoher Probandurchsatz,
- Lösung flexibler Aufgabenstellungen,
- Parallelmessung verschiedener Proben und Porenbereiche,
- gutes Preis-Leistungsverhältnis.

Worin unterscheiden sich Mehrstationengeräte mit einem Dewar und andere mit mehreren Dewars für die Probenkühlung? Betrachtet man den Vergleich von solchen Analysegeräten anhand der neuesten QUANTACHROME-Entwicklungen auf diesem Gebiet: Die Messgeräte der NOVA e-Serie und die neuesten QUADRASORB SI-Analysatoren.

Aus der Konfiguration von Messgeräten kann man sehr leicht die Konsequenzen ableiten. Mit mehreren Messzellen in einem Dewar, so wie es bei der NOVA u.a. Messgeräten realisiert ist, muss mit der nächsten Messung immer solange gewartet werden, bis alle Messungen beendet sind. Misst man z.B. an einem Dreistationengerät 2 BET-Oberflächen und eine Isotherme, so können auch neue BET-Messungen erst erfolgen, wenn die eine Isothermenmessung beendet ist, da sich ja alle Messzellen bis zum Ende aller Messungen noch im Flüssigstickstoff befinden. Anders beim QUADRASORB SI: Jede Messzelle hat ein eigenes Dewar und auch eine eigene P_0 -Zelle und kann nach einer Messung sofort neu bestückt werden, um ent-



Abbildung NOVAe im Vergleich zum QUADRASORB SI: Mehrere Messzellen in einem Dewar (links NOVAe) im Vergleich zu einem Dewar je Messzelle (rechts QUADRASORB SI)

	NOVA e-Serie	QUADRASORB SI-Serie
Anzahl Messstationen	1, 2, 3 oder 4	2, 3, 4
Heliumfreier NOVA-Modus	ja	ja
Heliummodus möglich	ja	ja
Thermistor für kurze Kaltzone	ja	ja
Niederdruckoption für Mikroporenanalyse	nein	ja
Kryptonoption für kleine Oberflächen	nein	ja
Anzahl der Dewars	1	4

Tabelle Die Modelle der NOVA e-Serie und das QUADRASORB SI gleichen sich in vielen Messmöglichkeiten, ein entscheidender Unterschied resultiert aus der Anzahl der Dewars.

sprechende Messungen nachzustarten. Die Software taktet neu gestartete Analysen sofort in die Gesamtroutine ein, der Probandurchsatz ist signifikant höher und die Flexibilität dadurch gegeben, dass jederzeit an leeren Messstationen Messungen gestartet werden können.

Mit dem QUADRASORB SI ist ein Analysegerät verfügbar, das aufgrund der Gerätekonfiguration mit einem Dewar und einer P_0 -Zelle je Messstation anderen Messgeräten hinsichtlich Probandurchsatz und Flexibilität deutlich überlegen ist – testen Sie es, bevor Sie zukünftig mehrere Messzellen in ein Dewar bringen!

Neu!

Das QUADRASORB SI gibt es ab sofort als preisliche Alternative auch mit nur 2 oder 3 Messstationen! Auch hier gilt: 2 oder 3 Messzellen in separaten Dewars ermöglichen deutlich flexibleren Probandurchsatz als 2 oder 3 Messzellen in einem einzigen Dewar! Und wenn der Probandurchsatz zukünftig weiter steigt, dann erhöhen Sie ihn mit einem QUADRASORB-Upgrade auf 4 Stationen!

News

Neues vollautomatisches Instrument zur Katalysatorcharakterisierung: **CHEMBET PULSAR TPR/TPD**

QUANTACHROME INSTRUMENTS gibt die Produktentwicklung des neuen Chembet PULSAR TPR/ TPD bekannt. Das PULSAR ist eine Weiterentwicklung des bekannten QUANTACHROME CHEMBET 3000 und vereint seine Erschwinglichkeit mit den Automationsmöglichkeiten der etablierten AUTOSORB-1C/TCD Serie. Im Bereich der Katalysatorcharakterisierung mittels Durchflussmethoden, inklusive vollautomatischer Pulstirration stellt das CHEMBET PULSAR eine interessante und preisgünstige Alternative dar.

Die Analysensequenzen werden mittels der neuen TPRWin Software programmiert und ausgewertet. Durch eine neue softwaregesteuerte Injekorschleife und einen Gaswechsler können Pulstirrationen zur Bestimmung von aktiver Oberfläche und Metalldis-

person gemessen werden. Die automatische Ofensteuerung bietet temperaturprogrammierte Reaktionsexperimente (TPR, TPD, TPO) sowie eine rampengesteuerte Probenvorbereitung. Durch eine aktive Ofenkühlung kann eine deutlich kürzere Mess- bzw. Vorbereitungszeit erreicht werden und führt somit zu einer Erhöhung des Probandurchsatzes. Das PULSAR enthält natürlich weiterhin den etablierten oxidations- und ammoniakresistenten Wärmeleitfähigkeitsdetektor, welcher sich durch eine hohe Basislinienstabilität und Reproduzierbarkeit auszeichnet. Alle Gasleitungen bestehen vollständig aus Edelstahl und bieten eine maximale chemische Stabilität und einen weiten Bereich von einsetzbaren Messgasen. Hochtemperaturmesszellen aus Quarzglas inklusive Wärmefühler werden standardmäßig mitgeliefert und ermöglichen akurate Tempera-

turmessung direkt an der Probe. Optional kann das CHEMBET PULSAR mit einem Quadrupole-Massenspektrometer sowie mit Gasmischsystemen ausgestattet werden.

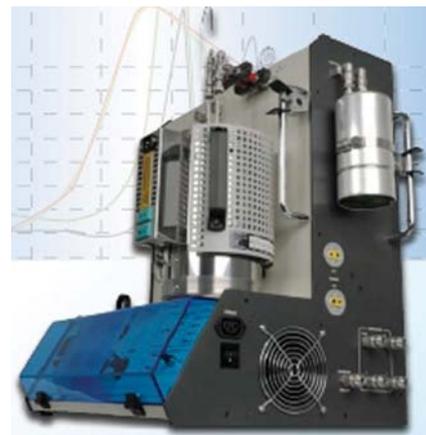


Abbildung
CHEMBET PULSAR TPR/TPD zur vollautomatischen Katalysatorcharakterisierung

Die neueste Generation von automatischen Gaspyknometern: **ULTRAPYCNOMETER 1200e und PENTAPYCNOMETER 5200e**

QUANTACHROME INSTRUMENTS hat mit dem ULTRAPYCNOMETER 1200e und dem PENTAPYCNOMETER 5200e die Gaspyknometer-Geräteserie zur Dichtebestimmung weiterentwickelt. Diese neueste Generation bietet jetzt unter anderem Ethernet-Kompatibilität und USB-Anschlüsse.

Die Ethernet-Verbindung ermöglicht die Steuerung und Datenverwaltung via Web-Browser und E-Mail. Eine Stand-Alone-Steuerung direkt am Gerät ist natürlich auch weiterhin durch einen angeschlossenen USB-Drucker möglich. Das Gerät kann zudem direkt über einen PC angesteuert werden, falls die Benutzung eines Monitors und PC-Tastatur erwünscht ist. Bei Operation über ein Netzwerk kann das System ferngesteuert werden. Das Messgerät schickt Ihnen dann eine E-Mail mit den Ergebnissen zu, sobald die Messung beendet ist!

Der neue on-board-Mikroprozessor ist nicht nur in der Lage, die Kommunikation über Web-Browser zu gewährleisten, sondern speichert sogar das komplette Benutzerhandbuch im pdf-Format. Ein neues externes Netzteil (ähnlich wie die Stromversorgung eines Notebooks) sorgt für eine bessere Temperaturstabilität auch ohne die zusätzliche Verwendung eines Thermostats.

Das ULTRAPYCNOMETER ist in den folgenden Versionen erhältlich: „Standard“ für Dichte- und Volummessungen an größeren Probenmengen (bis zu 135 cm³), „Micro“ für kleinere Probenmengen (kleiner 4,5 cm³), „Remote“ mit externem Bedienfeld zur Verwendung in einer Glove Box, „T“ für temperaturgesteuerte Analysen und „Ultrafoam“ für die Charakterisierung vom Schäumen (Offen- bzw. Geschlossen-zelligkeit und Kompressibilität).

Das 5-Stationen Messgerät PENTAPYCNOMETER ist jetzt ebenfalls Ethernet- und USB-kompatibel und eignet sich besonders für Laboratorien mit sehr hohem Probenaufkommen.



Abbildung
Die weiterentwickelten Pycnometer zur Dichtebestimmung: Das ULTRAPYCNOMETER 1200e und das PENTAPYCNOMETER 5200e

HORUS® - detaillierte Charakterisierung des Trocknungsverhaltens dünner Schichten

Teil 3 Uwe Boetcher, QUANTACHROME GmbH & Co. KG



Der HORUS® ist ein Messinstrument für die Analyse des Trocknungsverhaltens dünner Schichten. Er basiert auf der A.S.I.I.-Technologie (adaptive speckle imaging interferometry), einem optischen Messverfahren von Streuzentren innerhalb der Probe als Funktion der Zeit. Die verwendete Wellenlänge beträgt 650 bzw. 850 nm. Während der Trocknung verlangsamt sich die Bewegung der Streuzentren (Partikel, Tröpfchen, nadelförmige Teilchen), während die Viskosität des Films steigt. Dies führt zu einem Sinken des Messsignals. Die Änderungen der Kurvensteigung signalisieren dabei eine Veränderung der Struktur innerhalb der Probe. Die Funktionsweise des HORUS® wurde in PARTIKELWELT 7 ausführlicher dargestellt. Im Folgenden werden Beispiele vorgestellt, die aufzeigen sollen, welchen Informationsgewinn man mit Messungen des HORUS® erhalten kann.

Beispiel 1: Bindemittel

Bindemittel stellen für Dispersionsfarben eine essentielle Komponente dar. Ihre Aufgabe ist es, die Farbstoffpartikel dauerhaft miteinander zu ver-

kleben. Je nach Art der Farbe kommen unterschiedliche Bindemittel zum Einsatz. Beispielsweise werden Acrylate, Epoxide, Polyester oder Silicone bei industriell gefertigten Farben verwendet. Der Farbhersteller steht nun neben der Auswahl eines Bindemittels unter anderem vor der Aufgabe, einen optimalen Bindemittelanteil im Laboratorium herauszufinden. Dies ist deshalb nicht trivial, weil dies auch Produkteigenschaften wie Viskosität, Oberflächenspannung, Glanz usw. negativ beeinflussen kann.

Abbildung 1 zeigt das Ergebnis einer HORUS®-Messung mit bzw. ohne Bindemittel. Die Farbe wurde als 120 µm Nassschichtdicke auf Glas aufgezogen. Tabelle 1 listet die wesentlichen Ergebnisse. Es ist zu erkennen, dass der HORUS® Unterschiede in der sogenannten open time erkennt, der Zeit also, in der es beim Verarbeiten noch möglich ist, Fehler durch Überstreichen

zu korrigieren. Eine unterschiedliche Filmhärte wird bei den untersuchten Proben nach z.B. 16 h erreicht. Der Einsatz von Bindemittel verkürzt hier die open time und erhöht die Filmhärte.

Beispiel 2: Trocknungsmechanismus bei wasserbasierten Farben

Wie in PARTIKELWELT 7 angesprochen, unterscheidet sich der Trocknungsmechanismus von wasserbasierten Farben grundsätzlich von Trocknungsverhalten der Farben mit organischen Lösemitteln. Abbildung 2 zeigt im Detail die unterschiedlichen Phasen bei der Trocknung einer Farbe mit Wasser als Lösungsmittel, die mit dem HORUS® präzise erfasst werden. Mit dem Messsystem ist es möglich, unterschiedliche Substrate bei freiwählbarer Schichtdicke der Farbe einzusetzen.

Bindemittel	Nassschichtdicke	open time	Filmhärte nach 16h
mit (rote Kurve)	120 µm	8 min	$1,5 \cdot 10^{-4}$
ohne (blaue Kurve)	120 µm	19 min	$1,7 \cdot 10^{-5}$

Tabelle 1 Übersicht des Einflusses des Bindemittels auf die open time und die Härte der untersuchten Farbe.

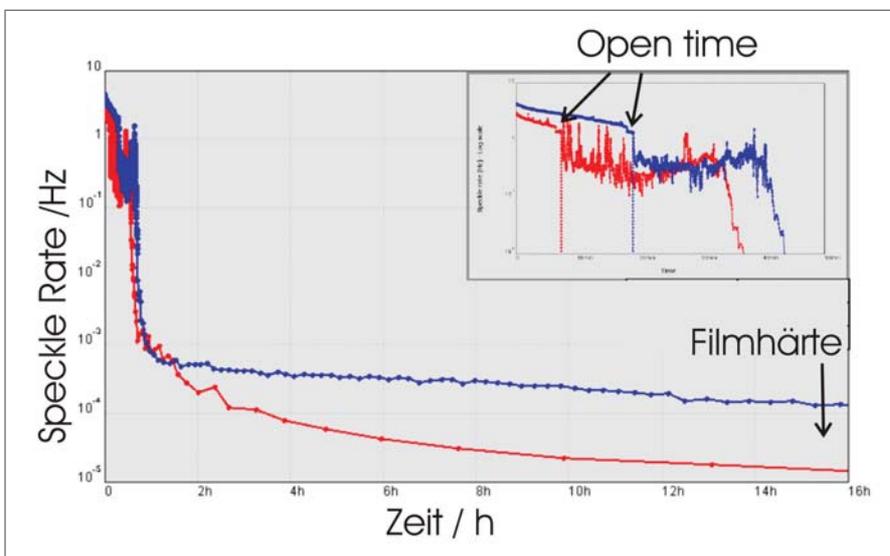


Abbildung 1 Einfluss des Bindemittels auf die open time und die Filmhärte der untersuchten Farbe. Oben rechts: Vergrößerung der ersten 50 Minuten der Messung zur besseren Nachvollziehbarkeit der open time.

In der ersten Phase bis etwa 8 Minuten haben die Teilchen noch genügend Platz und es findet hauptsächlich Verdunstung statt, wodurch die Viskosität steigt und die Speckle Rate sinkt.

In der zweiten, der Packing-Phase, sind nun die Teilchen so nah zusammen, dass sie häufig zusammenstoßen und die Richtung ändern und versuchen, einen energetisch günstigen Platz einzunehmen. Wenn schon ein Großteil der Teilchen in dichter Packung liegt und sich dann ein einziges Teilchen bewegt, so führt dies aufgrund von Platzproblemen zu einer Bewegung von sehr vielen Partikeln auf einmal. Die Phase ist also chaotisch im Verhalten, was sich in den unruhigen Speckle-Raten bemerkbar macht, und endet dann ziemlich abrupt nach etwa 20 Minuten.

In Phase III ist die Teilchenbewegung stark eingeschränkt und es findet eine Deformation der Partikel statt. In der Messung äußert sich dies in einem steilen Abfall der Kurve, da hier die Viskosität – und somit die Beweglichkeit – stark sinkt.

Phase IV: Interdiffusion – wenn das untersuchte System die notwendigen Eigenschaften hat, so kommt es zu einer Filmbildung, da es keine Abgrenzungen zum benachbarten Teilchen mehr gibt. Dieser letzte Prozess ist gleichzeitig der längste.

Der vorgestellte Mechanismus in 4 Phasen ist in der Literatur [1] beschrieben.

Beispiel 3: Trockensstoffe (Sikkative)

Zur Beschleunigung der Farbtrocknung können Trockner eingesetzt werden. Dabei wird zwischen Primär-, Sekundär- und Hilfstrocknern unterschieden. Die auch als Sikkative bezeichneten Substanzen enthalten beispielsweise Mangan, Cobalt, Eisen oder Vanadium, die beim Trocknungsprozess in mindestens zwei Oxidationsstufen vorliegen, da sie Luftsauerstoff absorbieren. Häufigstes Schwermetall in Sikkativen ist das Cobalt, dessen Stäube und Aerosole mittlerweile als krebserre-

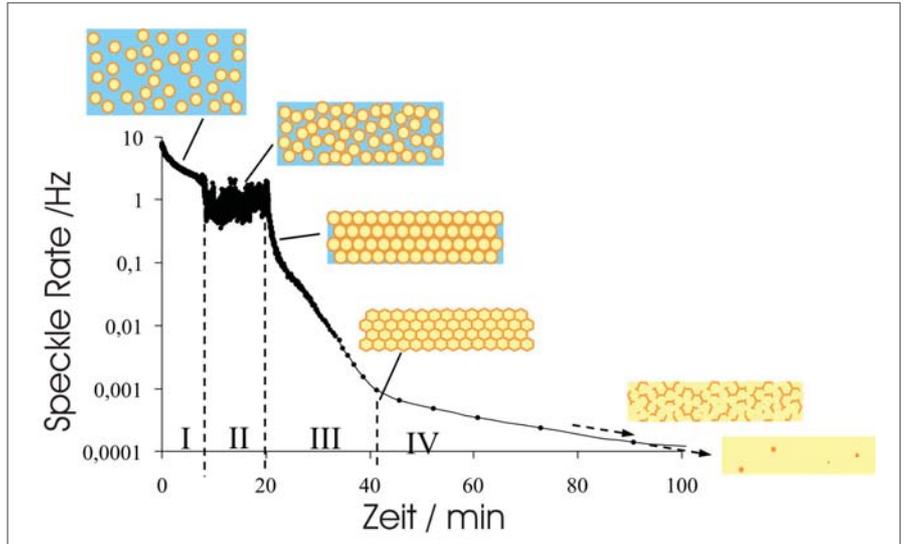


Abbildung 2 Messung der Trocknung von wasserbasierten Farben.

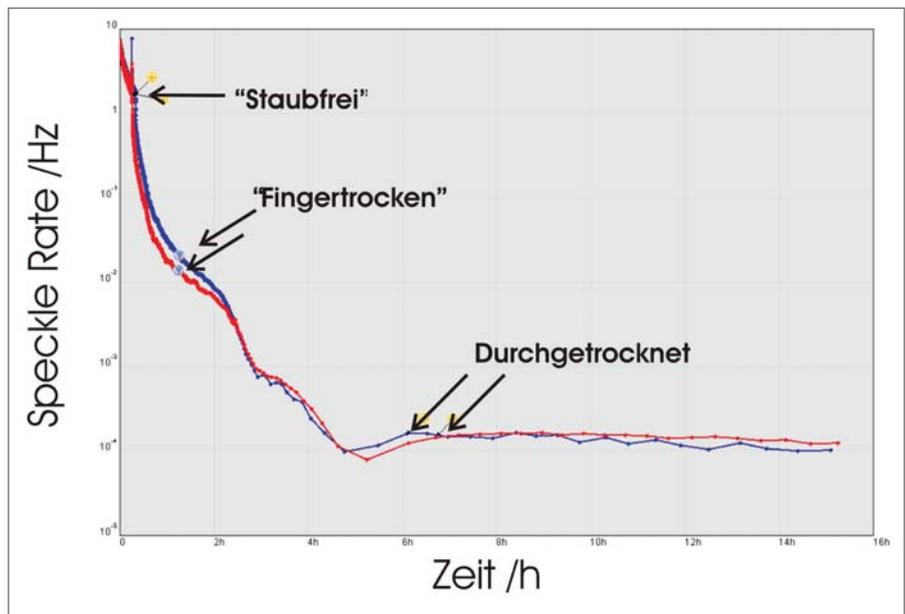


Abbildung 3 Vergleich der Filmtrocknungsprozesse zweier Farben mit unterschiedlichen Sikkativen (blau: manganhaltig, rot: cobalthaltig)

Sikkativ	„staubfrei“ (TG 1*)	„fingertrocken“ (TG 2-3*)	durchgetrocknet
cobalthaltig (rote Kurve)	15 min 52 s	1 h 15 min	6 h 43 min
manganhaltig (blaue Kurve)	19 min 42 s	1 h 15 min	6 h 06 min

* TG = Trocknungsgrad, vgl. DIN 53150

Tabelle 2 Charakteristische Trocknungszeiten der beiden Formulierungen.

gend eingestuft wurden [2]. Ein von R.E.A.CH. geforderter Ersatz ist allerdings aufgrund seiner guten Peroxidzahl schwierig. Diese steht in direktem Zusammenhang mit dem Redoxpotential des Metalls und ist ein Maß dafür, wie gut Hydroperoxide von ihm gespalten werden können – ein trocken-

ungsbeschleunigender Vorgang. Substitution von Cobalt kann durch Mangan oder Vanadium erfolgen. Nachteilig an Mangan ist die Braunverfärbung, nachteilig an Vanadium seine geringeren Endfilmhärten gegenüber Cobalt, was den Einsatz von Sekundärtrocknern nötig macht.

In Abbildung 3 ist der Einfluss der cobalt- und manganhaltigen Sikkative auf den mit dem HORUS® verfolgten Trocknungsprozess innerhalb von 15 h dargestellt. Tabelle 2 listet die wichtigsten Ergebnisse. Die Auftragung erfolgte mit 60 µm Nassschichtdicke auf Glas. Aus der tabellarischen Übersicht folgt, dass die Verwendung des umweltfreundlicheren Sikkativs auf Manganbasis ein dem Cobaltsikkativ vergleichbares Trocknungsverhalten aufweist. Die Kurven verlaufen nahezu identisch, so dass geschlussfolgert werden kann, dass in Hinsicht auf das Trocknungsverhalten keine Nachteile auftreten. Eine Substitution durch Mangan scheint in diesem Fall also möglich.

Zusammenfassung

Mit dem HORUS® lassen sich die Einflüsse von unterschiedlichen den Farben oder Lacken zugesetzten Stoffen wie z.B. Bindemittel oder Sikkative auf den Trocknungsprozess verfolgen. Die Methode ist zerstörungsfrei und hinsichtlich der Wahl des Substrats nicht festgelegt – es können unterschiedlichste Untergründe verwendet werden. Die Messung von wasserbasierten Systemen mit dem HORUS® ermöglicht die zeitliche Festlegung der einzelnen Stufen des Trocknungsprozesses.

Literatur

- [1] Keddie, J. L., Meredith, P., Jones, R. A. L., Donald, A. M., "Film Formation of Acrylic Latices with Varying Concentrations of Non-Film-Forming Latex Particles", *Langmuir* 12, 1996, 3793-3801.
- [2] Steinert, A., "Neue Lösungswege für cobaltfreie Alkydharzformulierungen unter Einsatz von High-Solid-Trockenstoffen", *VILF-Tagung, Neu-Isenburg, 2004.*

HORUS®-News 1

Trocknungsverhalten: HORUS®-Protection-Box

Ab sofort gibt es für den Trocknungsanalysator HORUS® eine Box, welche zu deutlich verbesserten Messergebnissen führen kann. Durch die Abschirmung gegen Luftzug wird dieser die Messung störende Faktor beseitigt. Die Reproduzierbarkeit steigt dadurch signifikant. Zwei Fronttüren und ein

Schiebedach ermöglichen den Zugang zum Horus. Die neue HORUS®-Box gehört standardmäßig zum Messgerät.



Abbildung 1
HORUS®-Messgerät mit HORUS®-Box
und Filmziehergerät

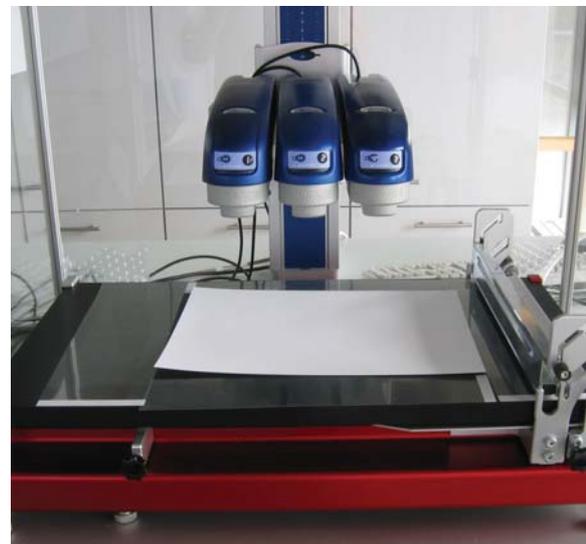
HORUS®-News 2

Trocknungsverhalten dunkler Schichten: Nahinfrarotlaser

Bei stark lichtabsorbierenden Substanzen (schwarze Farben und auch blaue, aufgrund der eingesetzten Wellenlänge von 650 nm) war es in der Vergangenheit schwierig, mit dem HORUS® ein ausreichend starkes Signal zu messen. Mit dem neuen Laser, der alternativ oder zusätzlich erhältlich ist, können Sie nun durch seine im Vergleich zu den bisherigen Laserköpfen erhöhte Leistung (3 mW)

und andere Wellenlänge (880 nm) auch absorbierende Substanzen wie zum Beispiel Bitumenemulsionen messen. Der neue Laserkopf steht im LabSPA für Test- und Auftragsmessungen ab sofort zur Verfügung, so dass entsprechende Tests mit dem standardmäßigen und dem optionalen Nahinfrarotlaser auch im Vergleich sehr einfach möglich sind.

Abbildung 2 HORUS® mit zwei
Standardmessköpfen (links) und einem Nahinfrarot-
Messkopf für dunkle Schichten (rechts)



Über die Vorteile der Messung der Wasseraufnahme und -abgabe (Wasserdampfadsorption) mit dem HYDROSORB 1000 HT

Die Messung der Wasseraufnahme von Lebensmitteln, Verpackungsmaterialien, pharmazeutischen Produkten, Adsorbentien und anderen porösen Stoffen ist eine wichtige Messmethode zur Untersuchung praktischer Prozesse oder der Oberflächenchemie solcher Stoffe. In Abbildung 1 ist die Wasserdampfadsorption isotherme eines Zuckers als Beispiel aus der Lebensmittelindustrie dargestellt.

Die Messung der Sorptionsisothermen erfolgte mit dem vollautomatischen Messgerät HYDROSORB 1000 HT. Die Messprozedur entspricht prinzipiell der Vorgehensweise bei der volumetrischen Gasadsorption. Wesentliche Unterschiede des HYDROSORB 1000 HT, sowohl zur normalen Gasadsorption als auch zu anderen Messgeräten zur Wasserdampfadsorption sind im Folgenden dargestellt.

- Beim HYDROSORB 1000 handelt es sich um ein schnelles vollautomatisches Wasserdampfadsorptions-Messgerät. Schnell bezieht sich hierbei sowohl auf die Dosierprotokolle als auch auf das volumetrische Messverfahren mit dem HYDROSORB, bei dem im Gegensatz zum gravimetrischen Messverfahren keine Adsorption an einem Wägesystem eine Rolle spielt und damit evtl. die Gleichgewichtszeit zusätzlich verlängert.
- Die akkurate Bestimmung der Wasseradsorption wird beim HYDROSORB 1000 sichergestellt durch ein speziell ausgeheiztes Dosiersystem, welches komplett, also einschließlich aller Ventile und Leitungen, bei 100°C zur Verhinderung von Kondensation arbeitet. Je höher die Manifoldtemperatur ist, desto besser wird natürlich Kondensation im Messsystem verhindert. **Mit einer Heiztemperatur von 100°C hat das HYDROSORB 1000 auch hier Vorteile gegenüber anderen Messsystemen.**

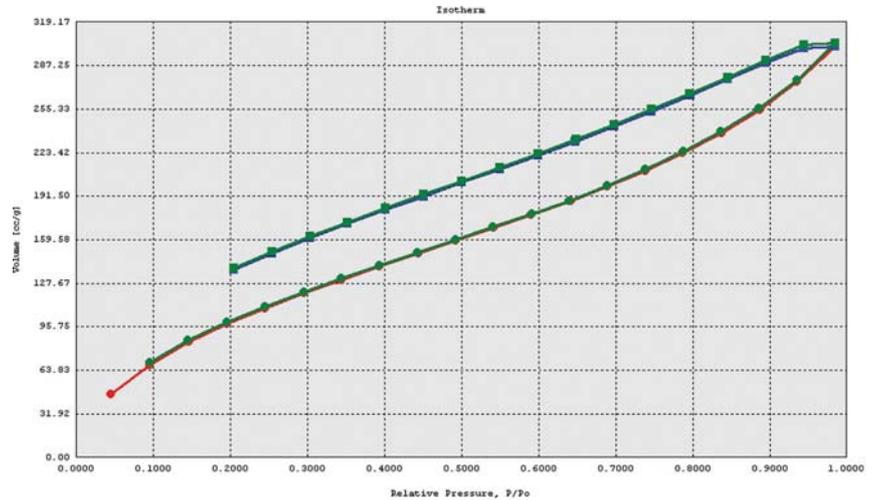


Abbildung 1 Wasseradsorptionsisotherme von Zucker (Doppelbestimmung) bei 25°C

- Das HYDROSORB wendet die patentierte NOVA-Sorptionsmethode für die Wasserdampfadsorption an. Mit kalibrierten Messzellen wird bei einer Leermessung nicht nur das Messzellenvolumen und die Druckcharakteristik der Messzelle bei Messtemperatur erfasst, sondern auch mögliches Sorptionsverhalten der Messzelle selbst.
- Das HYDROSORB 1000 dient der Untersuchung des Adsorptions- und Desorptionsverhaltens von Wasser bei unterschiedlichen Temperaturen. Es sind zwei Geräteversionen verfügbar: Das HYDROSORB 1000 und das HYDROSORB 1000 HT (Abbildung 2).

Während das HYDROSORB 1000, wie andere Wasseradsorptionsmessgeräte auch, standardmäßig mit einem 100 Torr-Drucksensor ausgestattet ist, beinhaltet die HT-Option (Hochtemperaturoption) einen zusätzlichen 1000 Torr-Drucksensor und diverse Zubehörteile für Temperierung bis 85°C. Betrachtet man die zu vermessenden Drücke bis zum Sättigungsdampfdruck des Wassers P_0 , so findet man, dass der P_0 -Wert ab ca. 50°C oberhalb von 100 Torr liegt. Abbildung 3 zeigt die Abhängigkeit des Dampfdrucks von Wasser gegenüber der Messtemperatur.

Man sieht anhand der Dampfdruckachse (P_0), dass nur im roten Feld mit einem 100 Torr-Drucksensor bis nahe P_0 gemessen werden kann. Bei höheren Temperaturen steigt der P_0 -Wert deutlich an, so dass vollständige Isothermen nur noch mit einem zusätzlichen 1000 Torr-Drucksensor erfasst werden können. Bei 80 °C z.B. beträgt der Sättigungsdampfdruck ca. 350 Torr,



Abbildung 2 HYDROSORB 1000 HT mit einem Messbereich von 12°C – 85 °C bis zu jeweils hohen relativen Feuchten

so dass mit einem Messgerät mit 100 Torr-Drucksensor nur bis zu einer Feuchte von ca. $100/350 \times 100\% = 29\%$ analysiert werden kann (grünes Feld), mit einer HT-Option dagegen bis nahe an den Sättigungsdampfdruck heran. Der Temperaturbereich des HYDROSORB 1000 kann also durch die HT-Option (mit zusätzlichem Drucksensor) auf $12^\circ\text{C} - 85^\circ\text{C}$ erweitert werden. Das Dewar ist mit einem zweistufigen Magnetrührer ausgestattet und gewährleistet durch entsprechende Isolierung auch Temperaturstabilität bei höheren Messtemperaturen. Die Messtemperatur wird im Dewar erfasst und auf dem Monitor angezeigt.

Das HYDROSORB 1000 bietet verschiedene Routinen und Darstellungsmöglichkeiten der Ergebnisse. Gebräuchlich ist die Darstellung der adsorbierten Menge über dem Relativdruck bzw. über der relativen Feuchte.

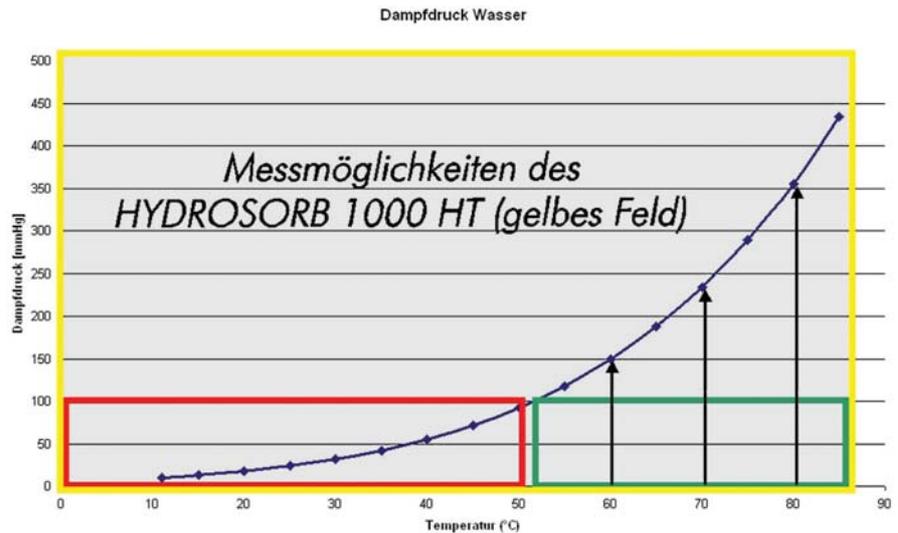


Abbildung 3 Abhängigkeit des Dampfdrucks von Wasser gegenüber der Temperatur, mit eingeschränktem Messbereich eines 100 Torr-Drucksensors (rotes und grünes Feld) und den zusätzlichen Möglichkeiten der HT-Option (gelbes Feld)

Mit dem HYDROSORB 1000 und seiner HT-Option steht ein leistungsfähiges Messsystem mit wesentlichen Vorteilen gegenüber anderen volu-

metrischen Messgeräten zur Verfügung. Gerne können Sie dies mit Test- und Auftragsmessungen prüfen!

Literaturbesprechung

PARTIKELWELT 8 zur Bestimmung von Partikelgröße, Zetapotenzial und rheologischer Parameter konzentrierter Dispersionen

Autor: Dr. Christian Oetzel, QUANTACHROME GmbH & Co. KG

Die PARTIKELWELT 8 wurde von Dr. Christian Oetzel (Leiter des LabSPA und der Produktgruppe DISPERSION TECHNOLOGY) verfasst und beschäftigt sich umfangreich mit der Bestimmung von Partikelgröße, Zetapotenzial und rheologischer Parameter konzentrierter Dispersionen. Mit der akustischen und elektroakustischen Spektrometrie sind zwei Messmethoden verfügbar, mit denen insbesondere nanodisperse Stoffsysteme in Originalkonzentration charakterisiert werden können. Der Autor stellt in der umfangreichen Veröffentlichung Anwendungsbeispiele für die Untersuchung einfacher und komplexer Dispersionen voran, um den Lesern die Möglichkeiten der Messmethoden näherzubringen. Diese Erläuterungen der Anwendungsbeispiele können insbesondere für Neueinsteiger interessant sein, besprochen werden unter anderem:

- Stabilität von Dispersionen,
- Partikelgrößenmessung nanoskaliger Pulver,
- Online-Untersuchungen des Mahlfortschritts in Bypass-Anordnung,
- Charakterisierung von Zementdispersionen,
- rheologische Untersuchungen von Dispersionen,
- Partikel in Emulsionen.

Die akustische und elektroakustische Spektrometrie sind für viele Anwendungen anderen Messverfahren deutlich überlegen. Manche Messverfahren wecken zwar Erwartungshaltungen bzgl. der Charakterisierung konzentrierter Dispersionen, halten aber oft kaum, was sie versprechen. Nicht so die vorgestellten Methoden, für die anhand von komplexen Messaufgaben gezeigt wird, welche Ergebnisse bei ihrer Anwendung zu gewinnen sind.

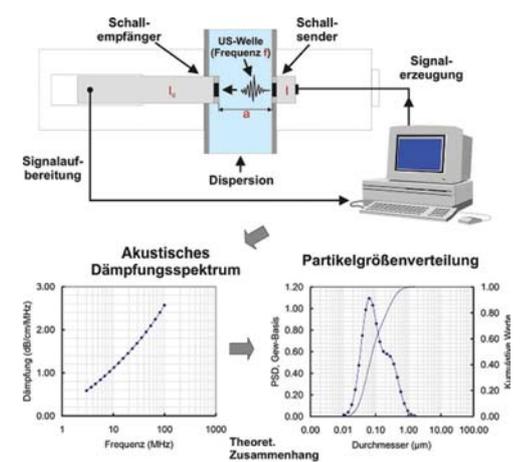


Abbildung 1 Partikelgrößenbestimmung konzentrierter Dispersionen mit der akustischen Spektrometrie

In den weiteren Kapiteln der PARTIKELWELT 8 stellt der Autor die Grundlagen der Messmethoden ausführlich dar. Diese anspruchsvollen Abhandlungen werden all denen weiterhelfen, die sich tiefgründig in die

Messmethoden hineindenken wollen. Bezeichnet werden die akustische und elektroakustische Methode zur Partikelgrößen- und Zetapotenzialbestimmung als prozessnahe Analyseverfahren. Dies trifft im doppelten Sinne zu, denn

1. werden die Suspensionen und Emulsionen tatsächlich im Originalzustand vermessen, hohe Konzentrationen sind Standardbedingungen für die akustische und elektroakustische Methode. Dort wo man bei anderen Messverfahren ausweichende Antworten zu einem allgemein gültigen Konzentrationsbereich für alle Probenarten hört, stehen die vorgestellten Methoden uneingeschränkt für Messungen bis mindestens 40 Volumenprozent – und für viele Dispersionen darüber hinaus!

2. Die beiden Methoden zur Partikelgrößen- und Zetapotenzialbestimmung sind online-fähig und wurden, wie in PARTIKELWELT 4 beschrieben, vor Jahren bereits an den Technischen Universitäten Braunschweig und München zur Online-Analyse von mikro- und nanodispersionen Partikeln verwendet. Reduziert man die Anzahl der Frequenzen und der Abstände Sender-Empfänger beim Akustikspektrometer,

so verkürzt sich auch die Messzeit und sowohl Zetapotenzial- als auch Partikelgrößenbestimmung sind selbst für relativ schnelle Prozesse online einsetzbar.

Nach den umfangreichen Erläuterungen der Ultraschallabschwächung zur Partikelgrößenbestimmung folgt in PARTIKELWELT 8 die Darstellung der Zetapotenzialbestimmung von Dispersionen in Originalkonzentration mittels Elektroakustik. Die verwendeten Messgeräte sind das DT-300 und DT-1200 von DISPERSION TECHNOLOGY (www.dispersion.com).

Mit der Ultraschallspektrometrie lassen sich auch rheologische Parameter bestimmen. Dieser neue Ansatz wird vom Autor in dieser Form erstmals in

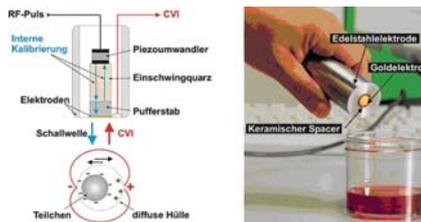


Abbildung 2 Funktionsschema DT-300 (linkes Bild) und Zetapotenzialmesssonde (rechtes Bild) zur Zetapotenzialmessung in konzentrierten Dispersionen

einer PARTIKELWELT dargestellt. Im Gegensatz zu Scherviskosimetern werden die Dispersionen bei der akustischen Rheologie mit dem DT-600 oder DT-1200 mit deutlich höheren Frequenzen beansprucht. Damit können neue, ergänzende Ergebnisse zu klassischen Scherviskosimetern gewonnen werden. So wird auch die sogenannte Bulk-Viskosität als Messgröße zugänglich und kann zu neuen Erkenntnissen über Rotations- und Schwingungsfreiheitsgrade in Dispersionen führen. **Mit dem akustischen Rheometer DT-600 bzw. der entsprechenden Option des DT-1200 werden neue Möglichkeiten zur Dispersionscharakterisierung eröffnet!**

Mit der umfangreichen Arbeit ist dem Autor eine sehr gute zusammenfassende Darstellung der inzwischen breit angewendeten Messtechnik von DISPERSION TECHNOLOGY gelungen. Mit der PARTIKELWELT 8 wurde ein wichtiger Beitrag zum allgemeinen Verständnis der akustischen und elektroakustischen Spektrometrie zur Partikelgrößen- und Zetapotenzialbestimmung und für neue rheologische Untersuchungen geleistet.

Messen und Seminare

Wir begrüßen Sie gerne an unseren Ausstellungsständen zur

POWTECH/Nürnberg 30.09. – 02.10.2008, Halle 9, Stand 9-502

European Coatings Show

2009/Nürnberg 31.03. – 02.04.2009

Achema/Frankfurt 11.05. – 15.05.2009, Halle 5.1, Stand H18/H19

und auf vielen Fachtagungen!

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

Wir laden Sie ganz herzlich zu unserer diesjährigen Weiterbildungsveranstaltung am 11., 12. und 13.11.2008 in Weimar ein. Die Teilnahme am Weiterbildungsseminar ist auch an einzelnen Tagen möglich.

Mit unserem insgesamt 3-tägigen Weiterbildungsseminar möchten wir

in diesem Jahr verstärkt Anwendungsbeispiele in den Mittelpunkt der Vorträge stellen. Zusätzlich zu den theoretischen Grundlagen werden zu einigen Messmethoden Live-Experimente vorgeführt (1. und 2. Tag) bzw. andere Versuchsdurchführungen detailliert dargestellt (3. Tag), um sich praxisnah über Ergebnisse, Möglichkeiten und Lösun-

gen auszutauschen. Wir begrüßen Sie ganz herzlich in der Klassikerstadt Weimar, der ersten deutschen Kulturstadt Europas (1999).



1. Tag (11.11.2008)**Partikelgröße, Partikelform und Trocknungsverhalten**

- Begrüßung und Einführung, Partikelgrößenmesstechnik: Begriffe und Definitionen, Messverfahren, Darstellungsmöglichkeiten, Normen, Bewertung von Messergebnissen,
- Partikelgrößenanalyse in verdünnten Dispersionen mittels Laserbeugung I: Funktionsprinzip, physikalische Grundlagen und Theorien, Auswertungen,
- Trocknungsverhalten von Filmen, Optische Charakterisierung des Trocknungsverhaltens von Dispersionen, Grundlagen der A.S.I.I.-Methode, messtechnische Umsetzung und Live-Vorführung einer Messung mit dem Horus,
- Partikelgrößenanalyse nanoskaliner konzentrierter Dispersionen mittels Ultraschallspektrometrie, Grundlagen, Methodik, Möglichkeiten und Grenzen, Auswertungen, Anwendungsbeispiele,
- Partikelformanalyse, Begriffserklärung und Definitionen, praktische Anwendungsbeispiele,
- Partikelgrößenanalyse in verdünnten Dispersionen mittels Laserbeugung II: Probenahme und -vorbereitung, Dispergiemethoden (nass und trocken), Dispergiemittel, Live-Experiment mit dem CILAS-1180 mit Diskussion.

2. Tag (12.11.2008)**Stabilität von Dispersionen, Zetapotenzial und spezielle rheologische Untersuchungen**

- Begrüßung und Einführung, Beschreibung disperser Systeme, Begriffe und Definitionen, Messverfahren, Darstellungen, Fragestellungen zur umfassenden Charakterisierung,
- Stabilität von flüssigen Dispersionen in Originalkonzentration, Stabilitätsmessung ohne Störung der Dispersion, TUR-BISCAN-Messprinzip, Messdaten und deren Interpretation,
- Zetapotenzial nanoskaliner konzentrierter Systeme mittels Elektroakustik, Grundlagen der elektroakustischen Methode, Voraussetzungen, Auswertungen und Anwendungsbeispiele,
- spezielle rheologische Untersuchungen mit dem DT-1200, Grundlagen und Theorie, praktische Beispiele und Interpretationen,
- Live-Experimente zur Stabilität und Zetapotenzialmessung von Dispersionen in Originalkonzentration, Durchführung, Interpretation der Daten,
- praktische Anwendungsbeispiele, Diskussion unterschiedlicher Probenarten (Suspensionen und Emulsionen) und Fragestellungen, Messdurchführungen, Tipps und Tricks.

3. Tag (13.11.2008)**Charakterisierung von Oberflächen und porösen Strukturen**

- Begrüßung und Einführung, Gasadsorptionsmessgeräte Grundlagen und Modellgleichungen, Dosier Routinen, Gleichgewicht, Ablauf von Messungen mit Diskussion potentieller Probleme und deren Lösungen,
- Porenanalyse mittels Gasadsorption I, Systematisierung und Vergleich klassischer Auswertemodelle,
- Porenanalyse mittels Hg- porosimetrie, Grundlagen, Ablauf von Messungen mit Diskussion potentieller Probleme und deren Lösungen,
- Porenanalyse mittels Gassorption II, moderne Auswertemodelle, Vergleich klassische und moderne Methoden, Stand der Forschung,
- Oberflächen- und Porenanalyse: Tipps und Tricks, Probenvorbereitung, Messroutinen, Auswertungen,
- Diskussion unterschiedlicher Probenarten, Oberflächen, Ultramikroporen, Mikroporen, Mesoporen, Makroporen, alternative Messgase, Porennetzwerke, Dampfadsorption, Chemisorption.

Teilnahmegebühr Weimar:

1-tägiges Seminar:	160 Euro zzgl. MwSt. (Brutto 190,40 Euro)
2-tägiges Seminar:	290 Euro zzgl. MwSt. (Brutto 345,10 Euro)
3-tägiges Seminar:	360 Euro zzgl. MwSt. (Brutto 428,40 Euro)

Im Beitrag enthalten sind die Teilnahme, Seminarunterlagen, Mittag- und Abendessen sowie die Pausenversorgung.

Angehörigen von Universitäten und Fachhochschulen werden auf Anfrage Sonderkonditionen gewährt.

Weiterbildungsseminar mit Praxisteil**am 07.04.2009 in Braunschweig****„Umfassende Charakterisierung von Dispersionen“**

Am 07. April 2009 findet unser Weiterbildungsseminar in Braunschweig statt, welches sich an alle Interessenten wendet, die sich mit der Charakterisierung von Dispersionen beschäftigen (möchten). Schwerpunkte sind nach dem Einführungsvortrag zu Phänomenen der Kolloidchemie, den Herr Dr. Rudolf Tuckermann vom Institut für Physikalische Chemie der Universität Göttingen hält:

- Stabilitätsuntersuchungen von Dispersionen durch Zetapotenzialbestimmung in Originalkonzentration,
- Stabilitätsuntersuchungen von Dispersionen durch Transmission- und Rückstreuverfahren ohne jedwede die Dispersion verändernde Kräfte,

- komplexe Untersuchung von Dispersionen durch ergänzende Methoden und Auswertungen zur Partikelgrößenbestimmung, kinetische Parameter der Stabilitätsanalyse, Trocknungsverhalten von Dispersionen und rheologische Parameter aus der akustischen Spektrometrie.

Partikelseminar

am 16. Oktober 2008 in Odelzhausen. Regionales Seminar mit Vorträgen und Diskussion der Messmethoden (Teilnahme kostenlos).

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

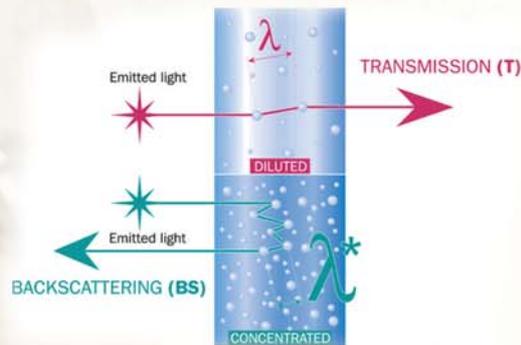
Impressum

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,
Fotolia, Rainer Herrmann

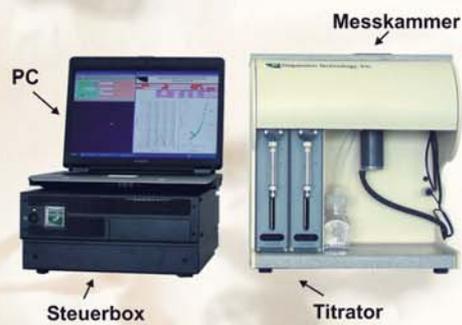
Charakterisierung von Dispersionen



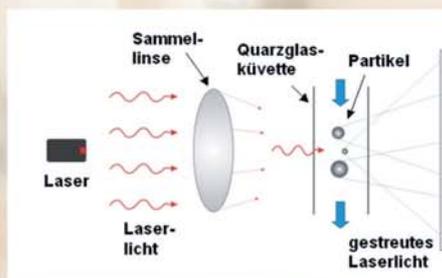
*Stabilität konzentrierter
Dispersionen mit TURBISCAN*



*Zetapotenzial konzentrierter
Dispersionen mit DT-300*



*Partikelgröße in konzentrierten
Dispersionen mit dem DT-1200*



*Partikelgröße in verdünnten
Dispersionen mit dem CILAS 1180*

Quantachrome
Your partner in
particle characterization

www.quantachrome.de