

# PARTIKEL

Aktuelle Fachbeiträge von QUANTACHROME

# WELT

Ausgabe 10 • Juni 2009

**Parallele Bestimmung von Partikelgröße und Zetapotenzial in konzentrierten Dispersionen**

**NEU: Messgerät zur Bestimmung der Leitfähigkeit in nichtwässrigen Flüssigkeiten und Dispersionen!**

**QUANTACHROME-  
6 Punkte-Konjunkturprogramm**

**Die nächste Generation: CILAS 990,  
CILAS 1090 und CILAS 1190 zur exzellen-  
ten Bestimmung von Partikelgrößen und  
optionaler Partikelformanalyse**



Liebe Leserinnen und Leser,

QUANTACHROME entwickelt sich trotz wirtschaftlich unsicherer Zeiten sehr erfolgreich und konnte seine Position im Bereich umfassender Partikelcharakterisierung auch in jüngster Zeit ausbauen. Wir führen dies vor allem auf unsere Anstrengungen zurück, mit einem schnellen und zuverlässigen Service zu punkten. Darunter verstehen wir den enormen Einsatz unserer Mitarbeiter(innen) insgesamt, aber speziell auch die vielen Beratungen und Schulungen für unsere Gerätenutzer. Unser Weiterbildungsseminar „Charakterisierung feindisperser und poröser Stoffsysteme“ im November 2008 in Weimar war ein Beispiel dafür - an allen drei Tagen nahmen jeweils über 40 Interessenten teil. Beim gemeinsamen Seminar mit der Universität Budapest/H im März 2009 ergaben sich rege Diskussionen mit den mehr als 60 Teilnehmern. Im Oktober 2009 findet ein weiteres Seminar in Delft/NL statt, bevor wir Sie sehr herzlich im November in Wernigerode zum Weiterbildungsseminar 2009 „Charakterisierung feindisperser und poröser Stoffsysteme“ begrüßen. Auch unser Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse (LabSPA) hat sich besonders in den letzten beiden Jahren einen außerordentlich guten Ruf erarbeitet, sodass wir den Ausbau unserer Kapazitäten für Methodenentwicklungen, Auftragsmessungen und Testanalysen trotz der allgemeinen Wirtschaftssituation weiter vorantreiben. Lesen Sie in dieser PARTIKELWELT, wie Sie eventuell selbst Nutzen aus unserem „QUANTACHROME-6 Punkte-Konjunkturprogramm“ ziehen können.



Besonderes bietet QUANTACHROME auf dem Gebiet der Charakterisierung von Dispersionen in Originalkonzentration. Vollautomatische Stabilitätsuntersuchungen von Dispersionen ohne Störung durch mechanische Beanspruchung sowie die Bestimmung von Zetapotenzial und Partikelgröße (bis in den unteren Nanometerbereich) gestatten die Charakterisierung konzentrierter Dispersionen ohne verfälschende Einflüsse. In Kürze starten wir mit einer Weltneuheit auf dem Gebiet mikro-rheologischer Untersuchungen von Dispersionen: Nutzen Sie die beiliegende Faxantwort zur Anforderung von Informationen über die neue Messmethode.

Selbstkritisch stellen wir fest, dass wir Ihre Wünsche zukünftig noch besser berücksichtigen können. So haben sich z.B. einige Arbeitsgruppen an uns gewandt mit der Bitte, die PARTIKELWELT nur ein Mal pro Labor zu senden. Seminarteilnehmer haben den Wunsch geäußert, die PARTIKELWELT (nur) als pdf-Datei per E-Mail zu bekommen. Diesen Wünschen möchten wir besser gerecht werden und bitten Sie zu solchen Fragen um Nutzung der beiliegenden Faxantwort. In Ihrem Sinne werden wir die aktuell geäußerten Mitteilungen berücksichtigen.

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

Ihr Dr. Dietmar Klank

## Inhalt

Impressum . . . . .	2
Neu! Die nächste Generation: CILAS 990, CILAS 1090 und CILAS 1190 zur exzellenten Bestimmung von Partikelgrößen und optionaler Partikelformanalyse . . . . .	3
Neu! Messgerät zur Bestimmung der Leitfähigkeit in nichtwässrigen Flüssigkeiten und Dispersionen! . . . . .	5
Parallele Bestimmung von Partikelgröße und Zetapotenzial in konzentrierten Dispersionen . . . . .	6
Der TURBISCAN zur Untersuchung von Sedimentation in originalen Dispersionen . . . . .	9
Oberflächen- und Porencharakterisierung nicht pulverförmiger Proben mittels Gasadsorption . . . . .	13
LabSPA informiert: Liste an Auftragsmessungen zur Charakterisierung von Pulvern, Dispersionen und porösen Stoffen . . . . .	16
QUANTACHROME-Analysegeräte in der Lebensmittelindustrie . . . . .	20
QUANTACHROME-6 Punkte-Konjunkturprogramm . . . . .	21
Messen und Seminare . . . . .	22

### 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.eu.com

Redaktion:  
 Dr. Dietmar Klank, Dr. Christian Oetzel, Uwe Boetcher, Heiko Sievers

Abbildungen:  
 Quantachrome GmbH & Co. KG, Fotolia

## Neu! Die nächste Generation: CILAS 990, CILAS 1090 und CILAS 1190

zur exzellenten Bestimmung von Partikelgrößen und optionaler Partikelformanalyse



Abbildung 1  
Die neuen CILAS-Lasergranulometer zur Partikelgrößenanalyse mittels Laserbeugung, im Bild das CILAS 1190LD, CILAS 1090L und CILAS 990LD mit optionalem Videomikroskop

Eine neue CILAS-Gerätegeneration wurde erstmals auf der ACHEMA (29. Internationaler Ausstellungskongress für Chemische Technik, Umweltschutz und Biotechnologie) im Mai 2009 vorgestellt. Mit der Weiterentwicklung der bisherigen Geräteserie ist CILAS, das vor 40 Jahren die Laserbeugung in einem kommerziellen Messgerät weltweit erstmals einführte, eine wesentliche Weiterentwicklung gelungen. Die neuen Messmöglichkeiten sind mit bewährter CILAS-Technik so kombiniert, dass bisherige Vorteile mit zusätzlichen Verbesserungen in Soft- und Hardware verbunden werden.

Abbildung 1 verdeutlicht, dass weiterhin drei unterschiedliche Lasergranulometer angeboten werden. Damit kann ein optimales Preis-Leistungsverhältnis offeriert werden, da eine Geräte-

anschaffung entsprechend des notwendigen Messbereichs erfolgen kann. Alle drei CILAS-Laserbeugungsmessgeräte sind in Nass- (L) und Trockenversion (D) sowie als Kombigerät (LD) verfügbar. Und im Gegensatz zu anderen Anbietern erfolgt die Umschaltung von Nass auf Trocken und umgekehrt mit jeweils nur einem einzigen Mausklick: Auf diese Weise ist die neuentwickelte DJD-Trockendispersierung ohne jedweden Umbau am Messgerät nutzbar! Zukünftig sind die folgenden drei CILAS-Modelle verfügbar:

**CILAS 990** als preiswertes Modell für vielfältigste Materialien im Partikelgrößenbereich 0,2 – 500 µm,

**CILAS 1090** mit Erweiterung im Feinbereich von 0,04 – 500 µm,

**CILAS 1190** mit zusätzlicher Erweiterung von 0,04 – 2500 µm.

Mit den neuen Partikelgrößenmessgeräten stehen moderne Analysegeräte zur Verfügung:

- patentierte kurze optische Bank,
- äußerst intuitive Software,
- 2-in-1-Design mit Umschaltung Nass/Trockenmessung mit einem Mausklick,
- exzellente Reproduzierbarkeit und Stabilität der Messergebnisse,
- vielfältige Dispergiermöglichkeiten, wie Ultraschall auch während der Messung zur Vermeidung von Reagglomeration von Partikeln,
- Möglichkeit der auch nachträglichen Ausstattung mit Partikelformanalyse!

Damit entspricht die CILAS-Technologie vielfältigen Anforderungen in Bereichen wie Baustoffe und Keramik, allgemeiner Forschung und Entwicklung oder Pharmazie und Lebensmittel. Das neue, optionale Videomikroskop ermöglicht zusätzliche Informationen über die zu charakterisierenden Materialien (Abbildung 2). In Kombination eines CILAS-Messgerätes mit dem optionalen Videomikroskop können Partikelgrößenverteilungen aus der Laserbeugung mit Ergebnissen der Bildanalyse verglichen werden. Neben dem visuellen Eindruck über die Partikelformen lassen sich aus beiden Messverfahren (Laserbeugung und Bildanalyse) die Partikelgrößenverteilungen bezogen auf das Volumen oder die Partikelanzahl errechnen. Damit lässt sich bei gutem Preis-Leistungsverhältnis mit den optionalen Partikelformparametern eine weitere Möglichkeit der Charakterisierung vieler Produkte in der Qualitätskontrolle einführen. Aber auch in Forschung und Entwicklung stehen mit dieser Kombination von Laserbeugung und Bildanalyse natürlich zusätzliche Informationen zur Verfügung, um Schlussfolgerungen für Neuentwicklungen oder die Lösung applikativer Probleme zu ziehen.

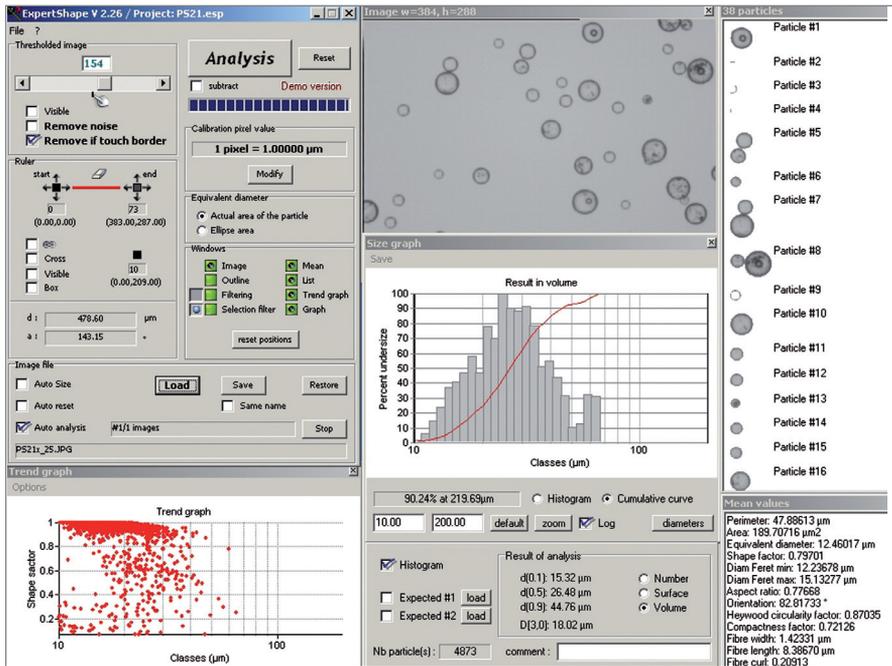


Abbildung 2 CILAS EXPERT SHAPE Software zur Bildanalyse: Einzelpartikelanalyse, Berechnung von mittleren Partikelformparametern und graphische Darstellung der Trends abhängiger Parameter geben zusätzliche Informationen zu den Ergebnissen der Laserbeugung nach ISO 13320.

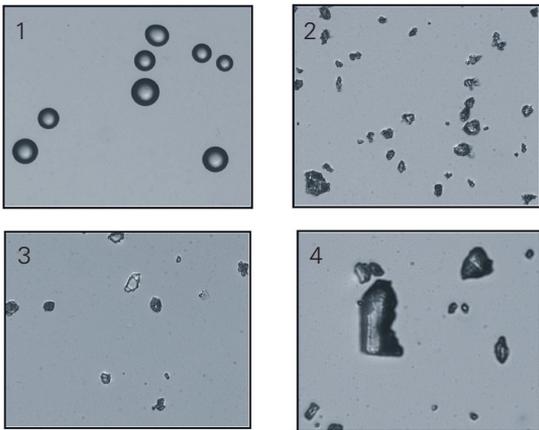


Abbildung 3 Aufnahmen von Glas (1), Kalziumkarbonat (2), Zement (3) und Zirkoniumoxid (4) bilden die Grundlage der Partikelformauswertung mit dem optionalen CILAS-Partikelformanalysator

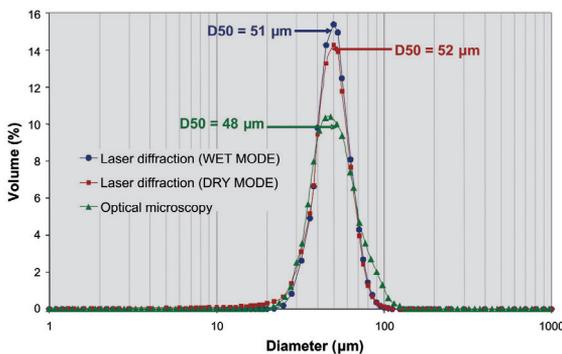


Abbildung 4 Vergleich von Partikelgrößenverteilungen eines Glaspulvers mit fast sphärischen Partikeln: Nassmessung, Trockenmessung und Bildanalyse mit dem CILAS 1090 und optionalem Videomikroskop

vergleichenden Partikelgrößenverteilungen von fast sphärischen Glasparkeln im Vergleich von Nassmessung, Trockenmessung sowie der Verteilungskurve aus der Bildanalyse im Vergleich dargestellt.

Die optionale Partikelformanalyse ermöglicht zusätzlich zur Partikelgrößenbestimmung mittels Laserbeugung

- die Qualität der Probedispersierung einzuschätzen,
- die Bestimmung der Partikelformen,
- den Vergleich der Laserbeugung mit der optischen Mikroskopie,
- die Abschätzung der Abhängigkeit verschiedener Parameter, wie z.B. des Formfaktors vom sogenannten aspect ratio (Verhältnis der kleinsten zur größten Längendimension eines Partikels), wie es in Abbildung 5 schematisch für unterschiedliche Partikelformen dargestellt ist.

Abbildung 2 zeigt die Ergebnisse und Verteilungskurven der Bildanalyse von ca. 5000 Partikeln. Mit dem optionalen Videomikroskop gibt es neue Möglichkeiten für zusätzliche Informationen zu Ergebnissen der Laserbeugung nach der Norm ISO 13320. Möglich ist auch das Nachrüsten der bisherigen CILAS-Lasergranulometer mit dem optionalen Videomikroskop. Sprechen Sie uns bei Interesse diesbezüglich an!

Der neue Partikelformanalysator von CILAS hat als Grundlage ein invertiertes optisches Mikroskop mit einer CCD-Kamera zur Bildaufnahme. Standardmäßig ist dieses Videomikroskop mit Objektiven für Vergrößerungen um den Faktor 4 bis 40 ausgestattet, sodass der Bereich von 1 – 300 µm erfasst wird. Mit der Software EXPERT GRAB kann die vollautomatische Abarbeitung von Zyklen erfolgen, wobei diese vom Geräthenutzer so vorgegeben werden, dass das Dispergieren, Umpumpen und die Bildaufnahmen ohne weiteren Nutzereingriff erfolgen können. Die Bilder werden unter nutzerdefinierten Projekten abgelegt und von der Software EXPERT SHAPE automatisch ausgewertet. Abbildung 3 zeigt Aufnahmen von Glas, Kalziumkarbonat, Zement und Zirkoniumoxid (von links nach rechts). In Abbildung 4 sind die

Das LabSPA (Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse) hat natürlich auch die neuen Möglichkeiten der Kombination von Partikelgrößenanalyse mittels Laserbeugung mit der Partikelformanalyse verfügbar. Damit lassen sich ab sofort Auftragsmessungen und Methodenentwicklungen durch wichtige Parameter erweitern. In dieser PARTIKELWELT finden Sie eine Liste von Messmöglichkeiten im LabSPA, vielleicht eine Anregung für Sie, bei begrenzter Probenanzahl, beim Test neuer Produkte und Rohstoffe oder aber zur Lösung von Applikationsproblemen darauf zurückzugreifen.

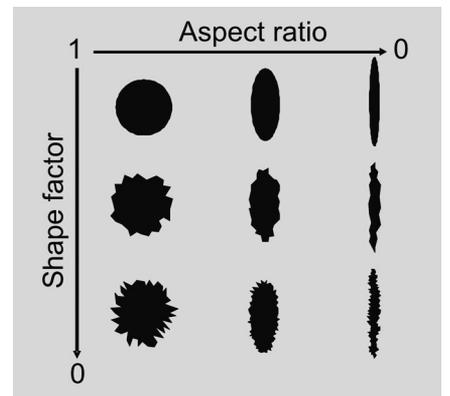


Abbildung 5 Schematische Darstellung der Abhängigkeit von Partikelform und aspect ratio (Verhältnis von kleinster zur größten Ausdehnung eines Partikels)

## Neu! Messgerät zur Bestimmung der Leitfähigkeit in nichtwässrigen Flüssigkeiten und Dispersionen

Die Messung der Leitfähigkeit ist eine wichtige Möglichkeit zur Charakterisierung von unterschiedlichsten Flüssigkeiten und Dispersionen, doch sind Messsonden nur für wässrige Dispersionen bzw. für sehr begrenzte Messbereiche verfügbar. Mit einer Weltneuheit wartet QUANTACHROME nun für die Leitfähigkeitsmessung nichtwässriger Dispersionen bzw. für einen enorm großen Messbereich auf. Mit der neuen Messsonde DT-700 (siehe Abbildung) ist die Leitfähigkeitsmessung in einem Bereich von reinem Toluol bis zu destilliertem Wasser möglich! Damit kann die Leitfähigkeit mit der DT-700-Sonde über 6 Dekaden ohne manuelles Umschalten gemessen werden. Die Reinigung der Sonde ist sehr einfach. Die Sonde DT-700 ist kompakt gebaut und transportabel. Die Feldkalibrierung erfolgt mithilfe eines mitgelieferten Standards.

### Spezifikationen der DT-700-Leitfähigkeitssonde zur Bestimmung der Leitfähigkeit im Messbereich von reinem Toluol bis zu destilliertem Wasser:

Messbereich	$2 \times 10^{-10}$ to $2 \times 10^{-4}$ S/m (2 – 2,000,000 pS/cm)
Genauigkeit	3% der Anzeige
Materialien der Sonde	316 stainless steel und silikagefülltes Teflon
Anzeige	5 Zeichen LCD-Display
Ausgabedaten	Excel-File über USB-Port
Abmessungen L/B/H	200 x 250 x 75 mm
Sondengröße Ø x Länge	19 x 150 mm
Sondenkabel	2 m
Stromversorgung	100-250V, 50-60 Hz oder 12V dc

Nutzen Sie die Faxantwort für weitere Informationen bzw. eine Angebotsanforderung für die Leitfähigkeitssonde DT-700, einer Weltneuheit zur Bestimmung der elektrischen Leitfähig-

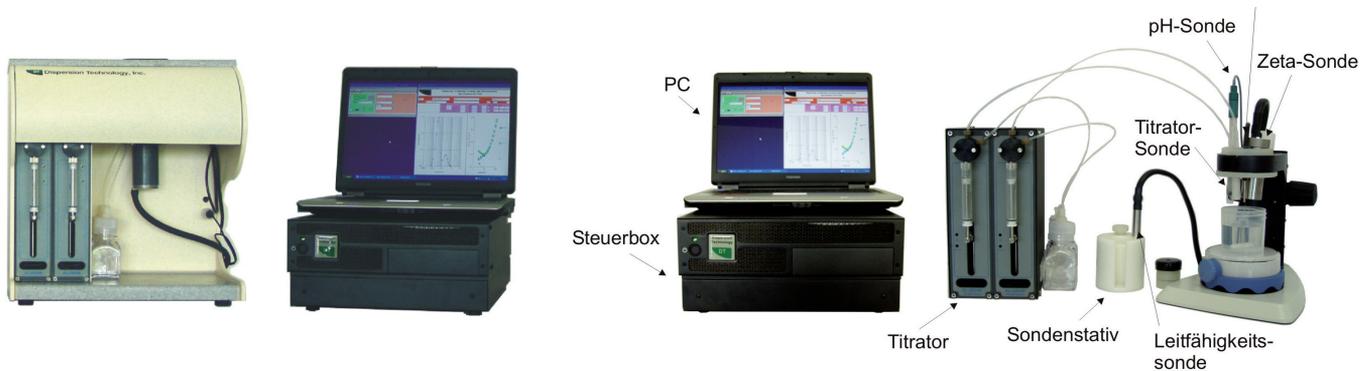
keit von Dispersionen in einem unübertroffenen großen Messbereich nichtwässriger Flüssigkeiten und Dispersionen.



Abbildung Neu: Sonde DT-700 zur Messung der Leitfähigkeit nichtwässriger Flüssigkeiten/Dispersionen über einen Messbereich von reinem Toluol bis zu destilliertem Wasser

## Parallele Bestimmung von Partikelgröße und Zetapotenzial in konzentrierten Dispersionen

Dr. Christian Oetzel, christian.oetzel@quantachrome.de



**Abbildung 1** Spektrometer DT-1200 (links) zur gleichzeitigen Messung von Partikelgrößenverteilung mittels akustischer Dämpfung und Zetapotenzialbestimmung mittels Elektroakustik sowie der Temperatur, des pH-Werts, der Leitfähigkeit und in Abhängigkeit von Additiven. Daneben der DT-300-Messplatz zur externen Bestimmung des Zetapotenzials.

Konzentrierte Dispersionen können hervorragend unter Anwendung der akustischen und elektroakustischen Spektrometrie charakterisiert werden. Der wesentliche Vorteil liegt auf der Hand: Die Verdünnung einer Dispersion kann deren Eigenschaften, insbesondere elektrokinetische Größen wie das Zetapotenzial der Partikel, signifikant verändern. Ein weiterer Vorzug der akustischen Verfahren liegt in der möglichen Anwendung bis in den unteren Nanometerbereich. Während die Laserbeugung im Submikrometerbereich ihre Grenzen findet, werden mit der akustischen Spektrometrie auch in konzentrierten Dispersionen Partikelgrößen ab 5 Nanometer erfasst. Betrachtet man 1000  $\mu\text{m}$  als die obere Messgrenze der Spektrometer von DISPERSION TECHNOLOGY, so geht daraus ein deutlicher Vorteil gegenüber der Partikelgrößenanalyse mittels dynamischer Lichtstreuung bzw. Photonenkorrelationspektroskopie hervor: Nicht nur die Erfassung der vollständigen Partikelgrößenverteilung vom unteren Nanometer- bis in den oberen Mikrometerbereich stellt einen wesentlichen Vorzug gegenüber den auf der Photonenkorrelationspektroskopie basierenden Messmethoden dar, sondern auch die Tatsache, dass die Messergebnisse durch diverse Partikelbewegungen, wie Sedimentation und Aufräumung, nicht ad absurdum geführt werden. Hier erlebt man in der Praxis bei An-

wendung der dynamischen Lichtstreuung teilweise sehr zweifelhafte Ergebnisinterpretationen, wenn trotz auftretender Sedimentation von Partikeln deren Größe oder deren Zetapotenzial bestimmt werden. Bei breiten Partikelgrößenverteilungen oder anderen Dispersionen mit Sedimentationseffekten spielen Akustik und Elektroakustik ihre Stärken aus, da bei beiden Methoden die Suspension gerührt bzw. umgepumpt werden kann. Auf diese Weise ist neben der Charakterisierung reiner Nanopartikel besonders die Analyse von Dispersionen möglich, bei denen Nano- und Mikrometerpartikel nebeneinander vorliegen, wie es z.B. bei zu Submikrometerpartikeln führenden Mahlprozessen der Fall ist. Im Folgenden wird dies anhand der Partikelgrößenmessung von Nanopartikeln mit dem DT-1200 an Beispielen dargestellt.

### Anwendungsbeispiel: Prozessnahe Partikelgrößenmessung unterschiedlicher Nanoteilchen mit dem DT-1200

Nanopartikel sind durch optische Verfahren nicht nur aufgrund ihrer geringen Größe schwer zu charakterisieren, sondern auch weil sie durch ihre große spezifische Oberfläche zur Agglomeration neigen. Optische Wellen „sehen“ solche, oftmals schwach

agglomerierten Teilchen, als grobe Partikel - eine gute Dispergierung ist häufig schwierig. Besteht darüber hinaus der Wunsch, prozessnah konzentrierte Dispersionen zu vermessen, um z.B. auch das Zetapotenzial unter Originalbedingungen zu bestimmen, so ist die akustische Spektrometrie das Mittel der Wahl.

Die folgenden Messungen wurden mit dem Spektrometer DT-1200 der Firma DISPERSION TECHNOLOGY durchgeführt. Es arbeitet nach dem „Tone-Burst-Verfahren“ und misst in einem Frequenzbereich von 1 bis 100 MHz die akustische Dämpfung der Dispersion. Damit ist es in der Lage, Partikel zwischen 5 nm und 1000  $\mu\text{m}$  hinsichtlich Partikelgröße zu vermessen [1]. Darüber hinaus können wässrige, polare oder unpolare Dispersionen mit 0,1 bis 50 Vol-% disperser Phase charakterisiert werden. Die Bestimmung der Partikelgröße erfolgt nach ISO 20998-1 [2]. Abbildung 1 zeigt das DT-1200 mit dem Messblock für die Partikelgrößenbestimmung. Die Zetapotenzialsonde kann sowohl im Messblock des DT-1200 zur gleichzeitigen Messung von Partikelgröße, Zetapotenzial, pH-Wert, Temperatur, Leitfähigkeit u.a. Parameter, als auch extern, wie beim DT-300, verwendet werden. Ausführlich sind die Grundlagen der Messmethoden zur Bestimmung von Partikelgröße und Zetapotenzial in PARTIKELWELT 8 erläutert.

Im Rahmen dieser Tests wurden drei wässrige Dispersionen mit unterschiedlichen, nanoskaligen kolloiden Teilchen hergestellt: jeweils zwei 5 Gew.-%ige Eisenoxid- und Silber-Suspensionen sowie eine 10 Gew.-%ige Silikadispersion. 25 ml der Originaldispersion wurden jeweils in die Messzelle eines DT-1200 gegeben und ohne Rühren hinsichtlich ihres akustischen Dämpfungsspektrums vermessen. Alle Messungen wurden zwecks Stabilitätstest der Probe im Rahmen der Messdauer zweimal durchgeführt. Die gemessenen Spektren zeigt Abbildung 2. Darüber hinaus ist das intrinsische Dämpfungsspektrum von reinem Wasser dargestellt. Alle Dispersionen zeigten sich stabil im Rahmen der Messdauer. Da es sich um Dispersionen mit sehr kleinen Teilchen handelt, spielt lediglich der visko-inertiale Effekt eine Rolle [1]. Dieser ist bei Nano-Silber und Nano-Silika ausreichend zu sehen. Auch die Form bzw. der Verlauf der Spektren gibt den nanoskaligen Charakter der Teilchen wieder. Das Dämpfungsspektrum der Eisenoxidsuspension ist nahezu deckungsgleich zu dem des deionisierten Wassers- die Teilchengröße liegt deutlich unter 5 nm, welches die untere Messgrenze der Methode darstellt.

Abbildung 3 zeigt die aus den in Abbildung 2 dargestellten Spektren bestimmten Partikelgrößenverteilungen. Tabelle 1 enthält die wichtigsten Charakteristika der Kurven in Zahlen.

Die Ergebnisse verdeutlichen die Möglichkeiten, mithilfe des Ultraschallspektrometers DT-1200 prozessnah konzentrierte Dispersionen mit feinsten Partikeln hinsichtlich Partikelgrößenverteilung zu charakterisieren.

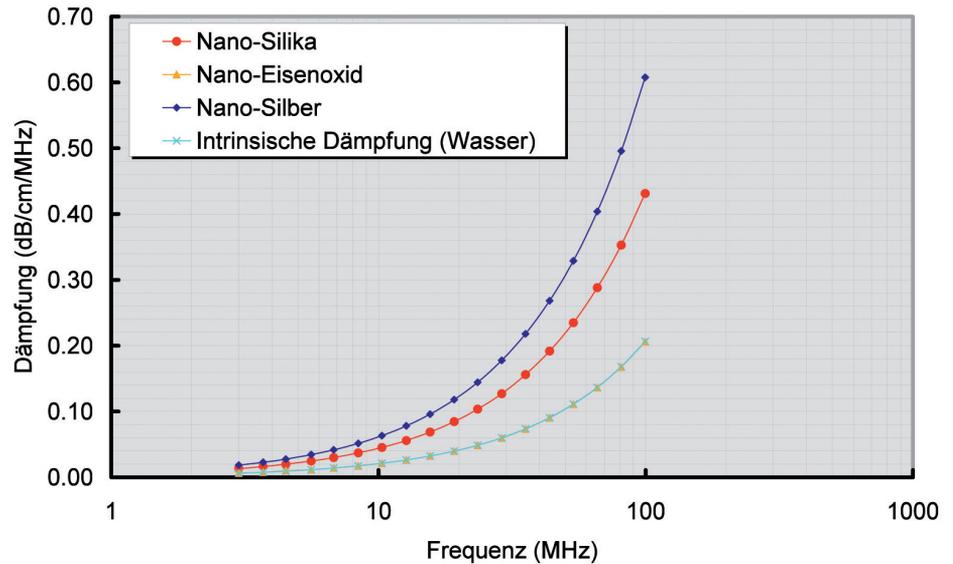


Abbildung 2 Dämpfungsspektren der Silika-, Eisenoxid- sowie Silbersuspension im Vergleich zum intrinsischen Spektrum von Wasser

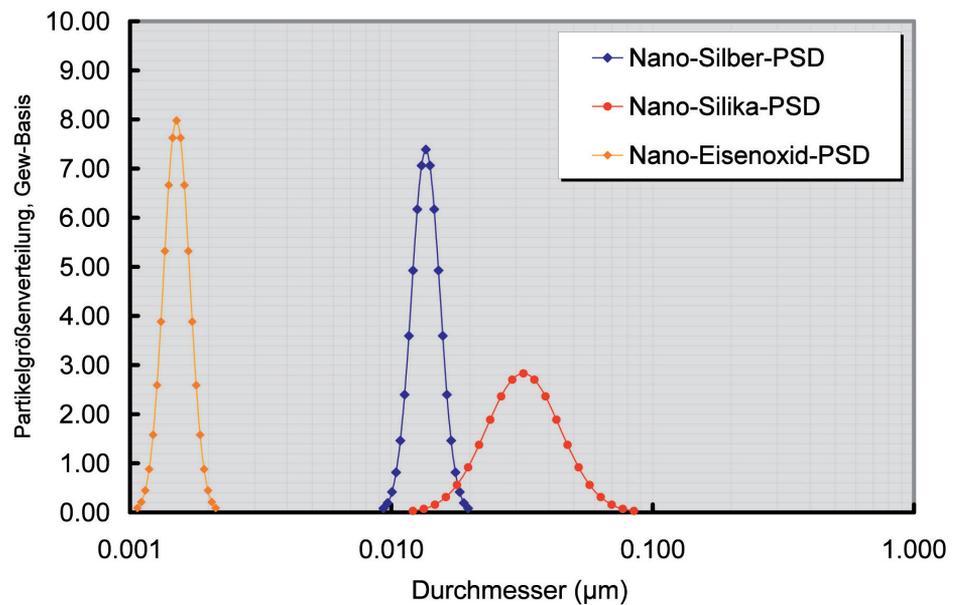


Abbildung 3 Partikelgrößenverteilungen der Silika-, Eisenoxid- sowie Silbersuspension

**Ergebnisse - Partikelgröße von Nanopulvern**

	Mittelwert (µm)	St.dev. <sup>1</sup>	d10 µm	d16 µm	d50 µm	d84 µm	d90 µm
Silika	0.032	0.14	0.022	0.024	0.032	0.044	0.048
Eisenoxid	< 0.005	-	-	-	-	-	-
Silber	0.014	0.05	0.011	0.012	0.014	0.015	0.016

<sup>1</sup>St.dev.: Standard Abweichung = log (d50/d84)

Tabelle 1 Ergebnisse der Partikelgrößenmessungen der Silika-, Eisenoxid- sowie Silbersuspension

Im Folgenden finden Sie anhand der von DISPERSION TECHNOLOGY erstellten Newsletters weitere Anwen-

dungen der akustischen und elektroakustischen Spektrometrie aufgeführt:

Nummer	Newsletter
1	Characterization of <b>CMP slurries</b> , Part 1. Resolution of Acoustics in determining large particles content
2	Electroacoustics for <b>Concentrated Dispersions</b>
3	Acoustics and Electroacoustics for <b>Ceramics</b>
4	Acoustics and Electroacoustics for <b>Emulsions</b>
5	Electroacoustics Phenomena in <b>Concentrated Dispersion</b>
6	Characterization of <b>Mixed Dispersions</b> by means of Acoustic Spectroscopy
7	Surfactant Titration of Kaolin Slurries using <b>Zeta Potential Probe</b>
8	Particle Size Distribution and <b>Micro-Rheological Properties</b> of the Structured Concentrated Dispersions
9	Influence of Chemical Composition on the Acoustic Properties of <b>Homogenous Liquids</b>
10	A New Way To Characterize Stability and Performance of <b>Cosmetic Emulsions and Suspensions</b>
11	Announcing Book Publication - <b>ULTRASOUND for CHARACTERIZING COLLOIDS - Particle sizing, Zeta Potential, Rheology</b>
12	Characterization of <b>CMP slurries</b> , Part 2. A new composite method comprised of Acoustic and Electroacoustic Spectroscopy and Sedimentation monitored with Ultrasound
13	Ultrasound for characterizing <b>liquid based food products</b> . Part 1. Acoustic spectroscopy
14	Ionic properties of so-called "non-ionic" surfactants in non-polar liquids
15	Evolution of <b>water-in-oil emulsion</b> controlled by droplet-bulk ion exchange. Acoustic, electroacoustic, conductivity and image analysis
16	Representative On-line Measurement of Comminution Results for Nanogrinding in Stirred Media Mills

Weitere Anwendungen finden Sie in unserer PARTIKELWELT 8, die von unserer Homepage [www.quantachrome.eu.com](http://www.quantachrome.eu.com) herunterzuladen ist oder bei uns angefordert werden kann.

Drei Basismodelle von DT-Spektrometern sind verfügbar: das DT-1200 zur parallelen Bestimmung der Partikelgrößenverteilung und des Zetapotenzials, das DT-300 zur Zetapotenzialmessung und das DT-100 zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung. Eine Reihe von Optionen ermöglichen die Ausrüstung insbesondere des DT-1200 zu einem Analysegerät, das eine sehr komplexe Charakterisierung von Dispersionen (Suspensionen und Emulsionen) in Originalkonzentration ermöglicht:

- Partikelgrößenverteilung
- Zetapotenzial
- Mobilität
- Schallgeschwindigkeit in der Dispersion
- pH-Wert und Temperatur
- Messungen nichtwässriger Dispersionen (nichtwässrige Option)
- Leitfähigkeit wässriger Dispersionen
- Leitfähigkeit nichtwässriger Dispersionen
- rheologische Parameter
- elektrische Permittivität u.a.

Gerne stehen wir zu Ihrer Verfügung, um durch Testmessungen die Möglichkeiten der beiden Messverfahren Akustik und Elektroakustik zur Lösung Ihrer Aufgabenstellungen auf dem Gebiet

Charakterisierung von Nanopartikeln bzw. von Dispersionen in Originalkonzentration zu verdeutlichen. Wir beraten Sie auch hinsichtlich Auftragsmessungen oder einer kompletten Methodenentwicklung zur Charakterisierung konzentrierter Dispersionen. Unser Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse (LabSPA) hat die Messtechnik und die Erfahrungen. Kontaktaufnahme z.B. per E-Mail:

[christian.oetzel@quantachrome.de](mailto:christian.oetzel@quantachrome.de)

#### Literatur

[1] Dukhin, A. S.; Goetz, P. J., *Ultrasound for Characterizing Colloids - Particle Sizing, Zeta Potential, Rheology*; Elsevier: Amsterdam, 2002.

[2] Norm ISO 20998 Teil 1 Aug. 06, *Measurement and characterization of particles by acoustic methods – part 1: Concepts and procedures in ultrasonic attenuation spectroscopy*

# Der TURBISCAN zur Untersuchung von Sedimentation in originalen Dispersionen

Uwe Boetcher, uwe.boetcher@quantachrome.de

## Einleitung

In PARTIKELWELT 7 und 9 wurde anhand praktischer Beispiele die Charakterisierung von Dispersionen hinsichtlich ihrer Stabilität erläutert. Mit dem TURBISCAN steht hierfür ein Messgerät zur Verfügung, welches Dispersionen in Originalkonzentration ohne jegliche Krafteinwirkung durch Messung von durchgehendem und rückgestreutem Licht untersucht. Durch das patentierte TURBISCAN-Messprinzip können komplexe Dispersionen erstens ohne künstliche Krafteinwirkung und zweitens durch die Erfassung des rückgestreuten Lichts auch dann analysiert werden, wenn es sich um lichtundurchlässige Proben handelt.

## Theoretische Aspekte der Sedimentation

Einen groben schematischen Überblick über das Thema Sedimentation liefert die Mind-Map[1] in Abbildung 1. (Die sicherlich wichtigen Sedimentationsvorgänge in freier Natur sollen hier nicht behandelt werden. Thema ist lediglich Sedimentation im Labor- bzw. Produktionsbereich).

Allen Theorien voran auf dem Gebiet der Berechnung der Sedimentationsgeschwindigkeit steht die STOKES-Beziehung. STOKES fand heraus, dass Teilchen in einer Flüssigkeit aufgrund der Erdanziehungskraft zunächst eine Beschleunigung

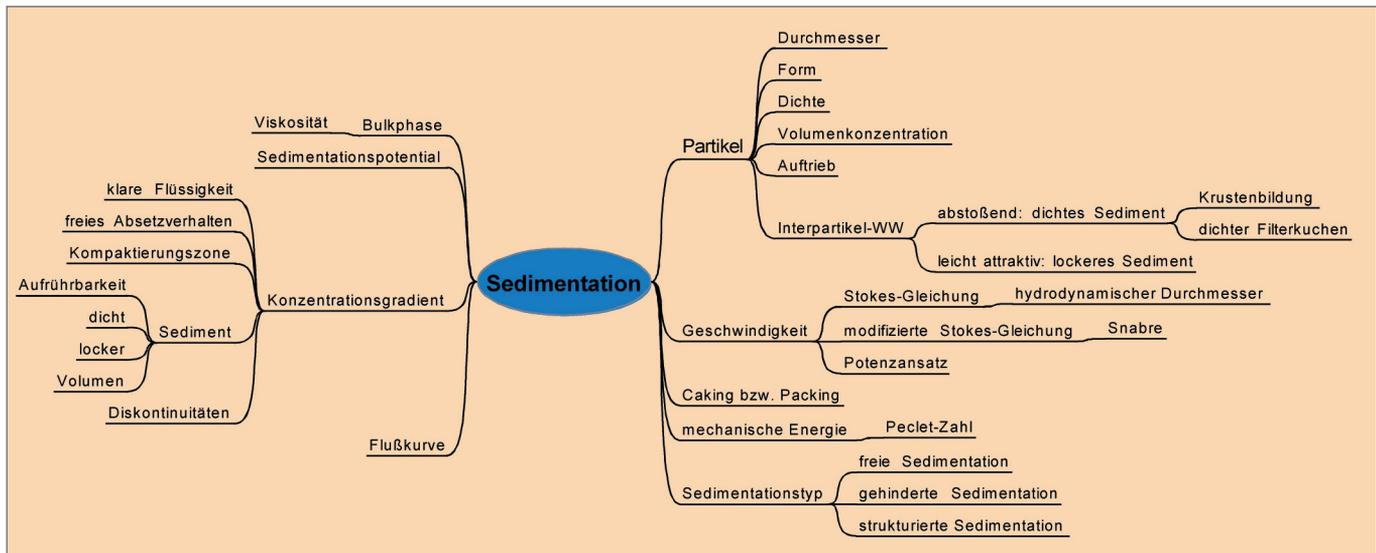


Abbildung 1 Mind-Map zum Thema Sedimentation

In diesem Beitrag soll der Schwerpunkt auf der Erläuterung von Sedimentationsvorgängen liegen, wobei eine einfache Suspension zur Veranschaulichung der Möglichkeiten der Sedimentationsanalyse mit dem TURBISCAN gemessen wird. Es sei darauf hingewiesen, dass Sedimentationseffekte neben Agglomeration, Koaleszens, Rahmung u.a. Vorgängen auch in konzentrierten, lichtundurchlässigen komplexen Dispersionen mit dem TURBISCAN untersucht werden können.

erfahren, andererseits aber durch die kinematische Viskosität des Fluids abgebremst werden. Beide Kräfte münden in einer STOKES-Endgeschwindigkeit  $U_0$  des Teilchens. Sie berechnet sich wie folgt:

$$U_0 = \frac{2r^2\Delta\rho g}{9\eta} \quad (1)$$

Mit dem hydrodynamischen Teilchenradius  $r$ , der Dichtedifferenz von Teilchen und Fluid  $\Delta\rho$ , der Erdanziehung  $g$  und der Viskosität der kontinuierlichen Phase  $\eta$ . Nach STOKES ist die Sedimentationsgeschwindigkeit demnach proportional zur Dichtedifferenz und zum Quadrat des Teilchenradius'. Hingegen ist sie antiproportional zur Viskosität der kontinuierlichen Phase. Da die Viskosität, die Dichten und der Radius Temperaturabhängigkeit zeigen, gilt dies auch für die Endsinkgeschwindigkeit. Für den Fall, dass die dispergierte Phase leichter ist als die kontinuierliche, z. B. bei den meisten Ö/W-Emulsionen (Öl-Wasser-Emulsionen), kann die Gleichung ebenso angewendet werden. Es wird dann ein negativer Wert für die Geschwindigkeit erhalten, was Aufräumung bedeutet.

Für den Fall einer gering konzentrierten wässrigen Titan-dioxidsuspension sind die Sedimentationszeiten über 1 Meter in Abhängigkeit vom Teilchenradius in Abbildung 2 dargestellt. Demnach sedimentiert ein Teilchen von 0,1 µm innerhalb von 152 Tagen, ein Teilchen von 10 µm hingegen innerhalb von rund 22 Minuten, solange turbulente Vorgänge nicht stattfinden bzw. die Voraussetzungen der STOKES-Gleichung erfüllt sind (s.u.).

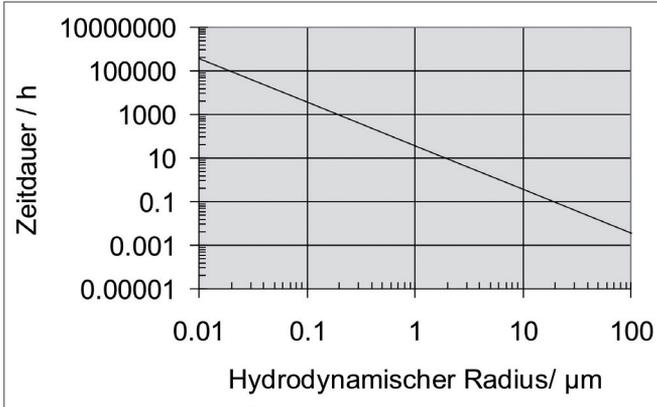


Abbildung 2 Zeit für die Sedimentation über 1 m Distanz in Abhängigkeit von der Teilchengröße für Titandioxidpartikel mit idealer Kugelgestalt bei Anwendung der STOKES-Gleichung

Nun lässt sich diese Theorie nicht ohne Weiteres auf reale sedimentierende Systeme anwenden. Der Gültigkeitsbereich ist begrenzt, weil folgende vereinfachende Annahmen gemacht werden:

- Sedimentation unter Vorliegen von geringer Konzentration,
- kontinuierliche Phase ist newtonsch,
- Fallgeschwindigkeiten nicht zu hoch, also ist eine kleine Reynoldszahl vorhanden ( $\sim < 0,1$ ). Für  $0,1 < Re < 1$  gilt das Gesetz von OSEEN. Für  $Re > 1$  existieren empirische Gleichungen,
- Annahme einer Kugelgestalt von nicht agglomerierten starren Teilchen,
- es finden keine Wechselwirkungen zwischen den Teilchen statt, da diese ungeladen sind.

Darüber hinaus ergibt sich auch bei geringer Konzentration ein Dichtegradient eben aufgrund der Sedimentation: Spätestens am Boden findet sich mit der Zeit schlagartig eine hohe Teilchenkonzentration wieder (vgl. Abbildung 3). Viele Beobachtungen haben aber ergeben,

- dass dieser Konzentrationsübergang von Bulkphase zum Sediment systemabhängig nicht schlagartig erfolgt, sondern sich durchaus über einen größeren Bereich erstrecken kann,
- dass auch Aggregat- bzw. Flockenbildung die Fallgeschwindigkeit der Teilchen verändern, obwohl ja die Größe der Primärpartikel gleich bleibt.

Untersuchungen haben zutage gebracht, dass ab Teilchenradien  $> 90 \mu\text{m}$  die STOKES-Theorie keine zuverlässigen Werte mehr liefert [2]. Aus den genannten Gründen gab es Verfeinerungen der STOKES-Theorie. Wie auf anderen Gebie-

ten der physikalischen Chemie weit verbreitet, gibt es auch hier die Variante, die Sedimentationsgeschwindigkeit mit einer Reihenentwicklung zu berechnen. Diese trägt hier die Form:

$$U = U_0 (1 + K_1\phi + K_2\phi^2 + K_3\phi^3 + \dots) \quad (2)$$

Es ist leicht erkennbar, dass die STOKES-Gleichung unverändert enthalten ist. Hier fließt also als weiterer Parameter die Volumenkonzentration  $\phi$  der dispergierten Phase ein. Als Vereinfachung wird der Ansatz nach dem zweiten Glied abgebrochen. Somit wird folgende Form erhalten:

$$U = U_0 (1 - 6,55\phi + K_2\phi^2) \quad (3)$$

Der Faktor -6,55 enthält

- den Dispergiermittelrückfluss (-5,5)
- die hydrodynamische Behinderung der Teilchen bei kleinen Abständen (-1,55)
- einen Druckgradienten (+0,5).

Für Teilchen  $> 1 \mu\text{m}$  wurde von RICHARDSON und ZAKI folgende Beziehung gefunden:

$$U = U_0 (1 - \phi)^{4,65} \quad (4)$$

Für Teilchen  $< 1 \mu\text{m}$  gilt alternativ die Beziehung:[3]

$$U = U_0 (1 - \phi)^{5,25} \quad (5)$$

bzw. nach SNABRE [4]

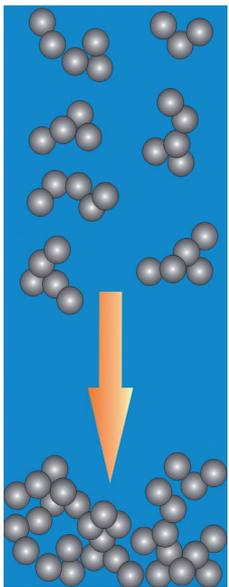
$$U = U_0 \frac{1 - \phi}{1 + \frac{4,6\phi}{(1 - \phi)^3}} \quad (6)$$

Eine qualitative Betrachtung der Sedimentation soll nun anhand der Abbildungen 3, 4 und 5 erfolgen.



Abbildung 3 Schematische Darstellung der Sedimentation mit den unterschiedlichen Bereichen bei ungehinderter Sedimentation [5]

Durch die Absetzbewegung der idealen kugelförmigen Teilchen kommt es zu unterschiedlichen Zonen. Die oberste Zone wird nach einiger Zeit durch die Erdanziehung praktisch frei von Teilchen sein. Sie finden sich weiter unten, z.B. in der angrenzenden Zone des freien Absetzverhaltens. Hier erfolgt die Teilchenbewegung ideal nach STOKES, da die Teilchenabstände groß genug sind. Dieser Zustand ändert sich weiter unten. In der sogenannten Kompaktierungszone finden sich nun so viele Kugeln, dass ihre individuelle Sinkgeschwindigkeit von den Nachbarn beeinflusst wird. Des Weiteren werden sie unten in ihrer Abwärtsbewegung gebremst, da die bereits sedimentierten Teilchen ihren optimalen Platz suchen. In der letzten Zone schließlich wird vom Sediment gesprochen, in dem noch Packing stattfinden kann, das zu einer Verdichtung desselben führt. Zusammenfassend ist festzustellen, dass es demnach mindestens zwei Diskontinuitäten der Teilchendichten gibt: zwischen Zone 1 und 2 sowie zwischen 3 und 4. Dies führt zu unterschiedlichen osmotischen Drücken. Eine weitere Komplizierung kommt nun zustande, wenn die Teilchen Abweichungen zur sphärischen Geometrie zeigen und außerdem in Wechselwirkung untereinander stehen.



Wie in Abbildung 1 unten rechts schon aufgezeigt, gibt es grob unterteilt drei Sedimenttypen. Ihre Entstehung ist eben durch die Teilchenform und die Wechselwirkung zwischen denselben bedingt. Im Falle von sphärischen Teilchen mit leicht abstoßender Wechselwirkung wird sich ein dichtes Sediment bilden, wie in Abbildung 3 dargestellt. Hingegen formt sich bei anziehender Wechselwirkung ein lockeres Sediment und führt zu dem in Abbildung 4 dargestellten Sedimenttyp. Darüber hinaus bewirkt die Teilchenwechselwirkung den Übergang von Schwarm- zu Zonensedimentation.

Abbildung 4 Sediment bei Bildung von Flocken in der Bulkphase [6]

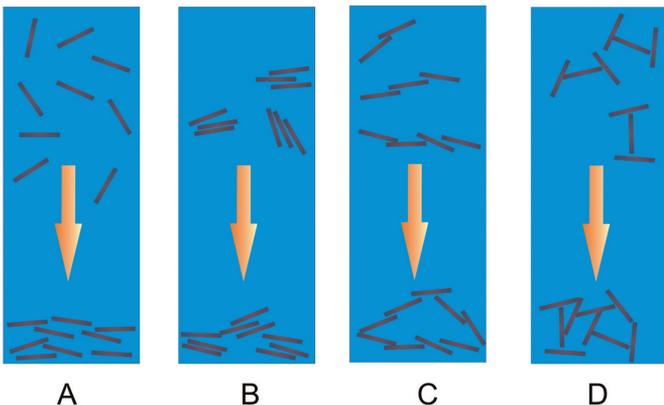


Abbildung 5 Sedimentationsverhalten von stäbchenförmigen Teilchen bei unterschiedlichen Wechselwirkungen [6]

Liegen plättchenförmige Geometrien vor, so findet sich wiederum das dichteste Sediment bei der abstoßenden Wechselwirkung (Abbildung 5, A), wohingegen sich die lockersten Sedimente bilden, wenn Kartenhausstrukturen ausgebildet werden (Abbildung 5, D), die entstehen, wenn Kante-Fläche-Wechselwirkungen auftreten wie z.B. bei Bentoniten. Zwischen diesen beiden Extremen bewegen sich Suspensionen mit Fläche-Fläche-Aggregation (Abbildung 5, B) und solche mit bänderartiger Aggregation (Abbildung 5, C)

### Messprinzip TURBISCAN

An dieser Stelle soll zunächst kurz das Messprinzip erläutert werden (eine detaillierte Beschreibung finden Sie in PARTIKELWELT 7; bei Bedarf fordern Sie bitte ein Exemplar bei uns an oder laden Sie sich die PARTIKELWELT 7 von [www.quantachrome.eu.com](http://www.quantachrome.eu.com)). Der TURBISCAN kann durch die gleichzeitige Erfassung der Rückstreuung und der Transmission von monochromatischem Licht im Infrarotbereich opake und transparente Proben messen. Durch das vertikale Abscannen der Glasmesszelle bei einer Auflösung von 40 µm über die gesamte Probenzelle in frei wählbaren zeitlichen Abständen werden Migrationsbewegungen der Teilchen nach oben (Aufrahmen) und nach unten (Sedimentation) erfasst. Gleichzeitig kann Partikelwachstum durch Flokkulation oder Koaleszenz anhand der Messsignale erkannt und quantifiziert werden. Basis der Datenauswertung ist die Mie-Theorie für die Rückstreuung und das Lambert-Beer-Gesetz für die Transmission.

### Ergebnisse

Mit dem TURBISCAN wurde eine einfache Titandioxidsuspension mit einer geringen Konzentration von 1 Vol.-% im Temperaturbereich von 30-60°C gemessen. Da es sich um ein opakes System handelt, ist vornehmlich die gemessene Rückstreuung von Interesse. Diese ist in ihrer zeitlichen Entwicklung in Abbildung 6 dargestellt. Hier handelt es sich um den Referenzmodus, bei dem nicht die Absolutwerte gezeigt sind sondern die Änderungen der Rückstreuung bezogen auf den ersten Scan, dessen Werte als Null über der gesamten Probenhöhe gesetzt werden.

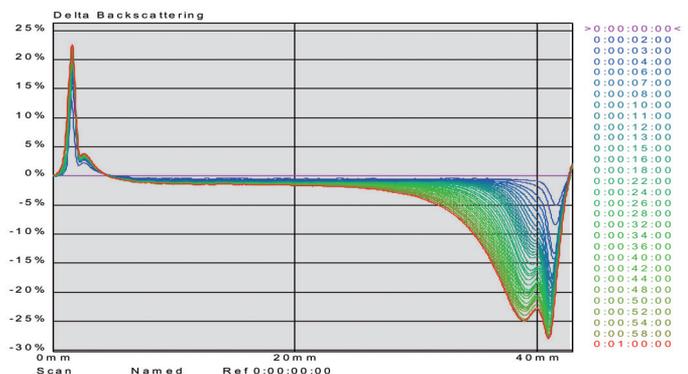


Abbildung 6 1-Vol.-%ige TiO<sub>2</sub>-Probe, 30°C: Transmissions- und Rückstreuungskurven im Referenzmodus innerhalb von einer Stunde, (Referenz: erster Scan; Legendenformat: d:hh:mm:ss)

Abbildung 7 zeigt analog die Messergebnisse bei 50°C. Die Unterschiede sind auf den ersten Blick nicht so offensichtlich. Hilfreich ist es daher, beispielsweise die Mittelwerte der Rückstreuungen in ihrer zeitlichen Entwicklung für beide Proben in einem gewählten Bereich der Probe zu zeigen, was in Abbildung 8 geschieht. Zusätzlich sind hier die Kurven weiterer Temperaturen enthalten. Zwar ändert sich der Brechungsindex mit der Temperatur, da aber hier wiederum die Daten aus dem Referenzmodus geholt werden, hat er für diese Art der Darstellung keinen Einfluss, sodass diese Kurven lediglich die Änderung aufgrund der Sedimentationsgeschwindigkeit enthalten. Darüber hinaus kann die Bildung des Sediments mit dem TURBISCAN quantifiziert werden, indem die Breite des linken Peaks in seiner zeitlichen Entwicklung ausgewertet wird. Das Resultat ist in Abbildung 9 grafisch dargestellt. Wie zu erkennen ist, sedimentiert die Probe wie erwartet bei der höheren Temperatur (rote Kurve) schneller. Innerhalb der ersten zwanzig Minuten beträgt die mittlere Sedimentationsgeschwindigkeit bei 30°C: 27,45 µm/min und bei 50°C: 32,15 µm/min.

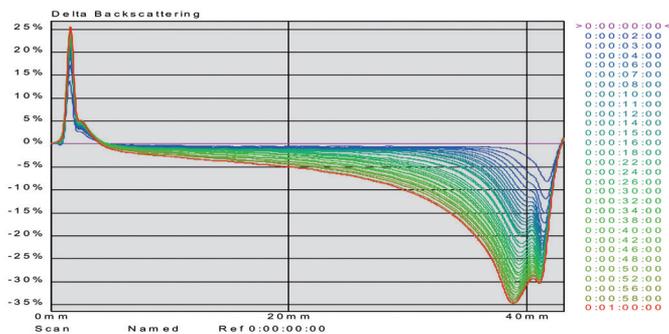


Abbildung 7 1-Vol.-%ige TiO<sub>2</sub>-Probe, 50°C: Transmissions- und Rückstreuungskurven im Referenzmodus innerhalb von einer Stunde, (Referenz: erster Scan; Legendenformat: d:hh:mm:ss)

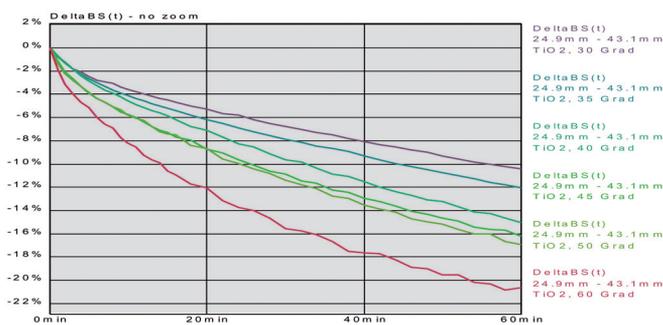


Abbildung 8 Mittelwerte der Rückstreuungen im Referenzmodus im mittleren Bereich der Titandioxidsuspension im Temperaturbereich von 30-60°C innerhalb von einer Stunde

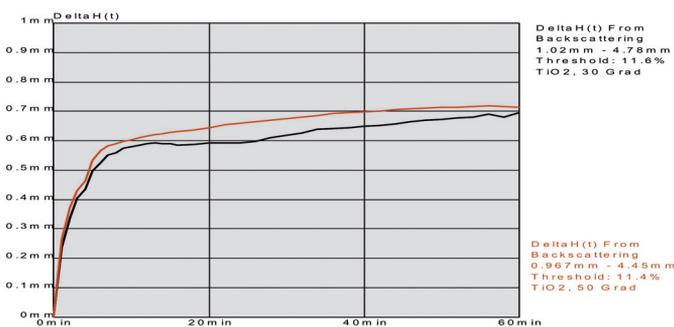


Abbildung 9 Entwicklung der Dicke des TiO<sub>2</sub>-Sediments bei 30 bzw. 50°C innerhalb von einer Stunde

## Fazit

Das Sedimentationsverhalten wurde an einer sehr einfachen Dispersion untersucht und besprochen. Komplizierte Mehrkomponentengemische, von Suspensionen bis hin zu Emulsionen aus dem Lebensmittel- und Kosmetikbereich (siehe dazu z. B. PARTIKELWELT 9), können - egal ob durchsichtig oder opak, hoch konzentriert oder gering konzentriert - ebenfalls mit dem TURBISCAN analysiert werden, wobei sich der TURBISCAN durch Nichtanwendung äußerer Kräfte auszeichnet. Es kann beim TURBISCAN somit nicht vorkommen, dass aus Mehrkomponentensystemen eine Komponente durch äußere Kräfte wie beispielsweise Zentrifugation abgetrennt wird und dadurch die verbleibende Dispersion nicht mehr der Originalzusammensetzung bzw. den realen Lagerungsbedingungen der Originaldispersion entspricht.

Die Bestimmung von Sedimentationsgeschwindigkeiten ist von der theoretischen Seite recht einfach nachvollziehbar, in der praktischen Anwendung auf reale kolloidale Systeme allerdings beliebig kompliziert. Ein Weg der Bestimmung von Sedimentationsgeschwindigkeiten und aktueller Sedimenthöhe bei gegebener Temperatur bietet der TURBISCAN durch Messung der Transmission (Aufklärungsgeschwindigkeit) bzw. Rückstreuung (Wachstumsgeschwindigkeit des Sediments). Darüber hinaus kann das Messsystem Vorgänge wie Packing dokumentieren.

Der TURBISCAN steht in unserem Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse (LabSPA) auch für Auftragsmessungen und Methodenentwicklungen zur Verfügung. Da er dort mit der automatischen Probenzufuhrinheit AGS ausgestattet ist, können Kurz- und Langzeitstabilitätsuntersuchungen Ihrer originalen Dispersionen automatisch und parallel bei bis zu 3 unterschiedlichen Temperaturen durchgeführt werden. Bei Interesse nutzen Sie gerne die beiliegende Faxantwort oder senden Sie Ihre Anfrage an [uwe.boetcher@quantachrome.de](mailto:uwe.boetcher@quantachrome.de).

## Literatur

- [1] Buzan, T., „Das kleine Mind-Map-Buch. Die Denkhilfe, die ihr Leben verändert.“ München: Wilhelm Goldmann Verlag, 2002.
- [2] Schramm, L. L., „Emulsions, Foams, and Suspensions - Fundamentals and Applications“, 1. Aufl., Wiley-VCH, Weinheim, 2005.
- [3] Barnes, H. A., Holbrook, S. A., „High concentration suspensions: preparation and properties“ in: „Processing of solid-liquid suspensions“, Shamlou, P. A. (Ed.) Butterworth-Heinemann, Boston, 1993.
- [4] Snabre, P., Mills, P., „Settling of a suspension of hard spheres“, Europhysic letters 25, 1994, 651-656.
- [5] Fritz, G., Vorlesung „Kolloidchemie“, Karl-Franzens Universität Graz, Graz 2006.
- [6] Lagaly, G., Schulz, O., Zimehl, R., „Dispersionen und Emulsionen“, Steinkopff Verlag, Darmstadt 1997.

# Oberflächen- und Porencharakterisierung nicht pulverförmiger Proben mittels Gasadsorption

Heiko Sievers, [heiko.sievers@quantachrome.de](mailto:heiko.sievers@quantachrome.de)

Seit einigen Jahren gewinnt die Bestimmung der spezifischen Oberfläche nicht pulverförmiger Proben zusehends an Bedeutung. Ob es sich um einen hochkomplex aufgebauten, monolithischen Katalysatorträger handelt, der vor und nach einer Modifikation zu untersuchen ist, oder um dünne Schichten, die auf einem flächigen Trägermaterial aufgebracht wurden, man steht vor dem Problem, hinreichend viel Probenmaterial in eine Messzelle zu bringen.

Bei den meisten kommerziellen Messgeräten beginnt die Schwierigkeit bei der Wahl einer geeigneten Messzelle. Häufig sind nur zylindrische oder kugelförmige Zellen erhältlich. Da bei allen QUANTACHROME-Gasadsorptionsgeräten das freie Gasvolumen der Messzelle unmittelbar vor der Messung bestimmt wird, ist es für QUANTACHROME problemlos möglich, andere Messzellenformen zu realisieren. In Abbildung 1 ist eine Auswahl lieferbarer Messzellen dargestellt. Sollten Sie spezielle Anforderungen haben, sprechen Sie uns einfach an, wir sind Ihnen gerne bei der Entwicklung speziell auf Ihre Bedürfnisse abgestimmter Messzellen behilflich.

Der nächste kritische Faktor ist die absolute Probenoberfläche innerhalb der Messzelle. Für Messgeräte nach dem statisch-volumetrischen Verfahren



Abbildung 1 Exemplarische Darstellung lieferbarer Sondermesszellen

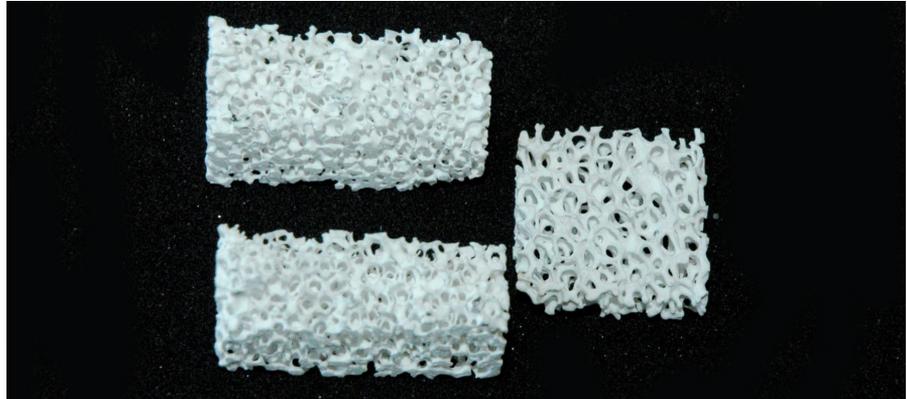


Abbildung 2 Beispiel einer monolithischen Probe

(NOVA, QUADRASORB, AUTOSORB) gilt: Bei optimiertem freien Gasvolumen sind reproduzierbare Messungen von N<sub>2</sub>-Isothermen ab einer absoluten Probenoberfläche von etwa 1 m<sup>2</sup> in der Messzelle durchführbar. Wie bereits ausführlich in PARTIKELWELT 5 erläutert, hat das Verhältnis zwischen freiem Gasvolumen („Totvolumen“, „Void-Volume“, „Dead-Volume“), sprich dasjenige Volumen der Messzelle, welches nicht von der Probe ausgefüllt wird, und der adsorbierten Gasmenge einen entscheidenden Einfluss auf die Qualität und die Reproduzierbarkeit einer Gasadsorptionsmessung. QUANTACHROME-Messgeräte sind bereits durch ihren inneren Aufbau auf ein möglichst kleines Totvolumen optimiert. Bei der Druckmessung wird z.B. die Messzelle vom Manifold (Dosiervolumen) abgetrennt, des Weiteren wird durch die Nutzung eines Füllstandensensors (Thermistor) sichergestellt, dass sich ausschließlich die Probe, und nicht das freie Gasvolumen im Schaft der Zelle auf Badtemperatur befindet. Bereits hierdurch wird im Falle von Stickstoffadsorption bei 77 K eine Verringerung der freien Gasmenge um Faktor 3,5 erzielt, da bei konstantem Druck ca. 3,5-mal mehr Gas bei 77 K vorhanden ist als bei Raumtemperatur.

Trotz dieser Maßnahmen und trotz optimierter Messzellen bleibt häufig bei der Untersuchung geometrisch aufwendiger Körper wie beispielsweise schaumartiger Katalysatorträger (Ab-

bildung 2) ein signifikantes Totvolumen. Zur Minimierung des freien Gasvolumens bietet sich in solchen Fällen an, den nicht mit Probe gefüllten Raum durch definiertes Füllmaterial aufzufüllen. Einerseits sollte ein solcher inerter Füllstoff so klein sein, dass er möglichst viele Hohlräume auffüllt, andererseits sollte er in Relation zum zu untersuchenden Material einen möglichst kleinen Anteil zur in der Zelle befindlichen Oberfläche beitragen. In Abbildung 3 ist die geometrische Oberfläche nicht poröser Kugeln gegenüber deren Durchmessern aufgetragen. Hieraus ist leicht zu erkennen, dass Glaskugeln mit Durchmessern von 100 µm bis 1 µm sehr gut diesen Forderungen entsprechen, wenn sie keine offene Porosität besitzen.

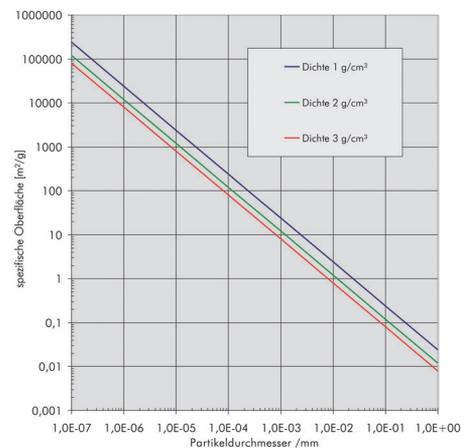


Abbildung 3 Verhältnis zwischen spezifischer Oberfläche und Partikeldurchmesser

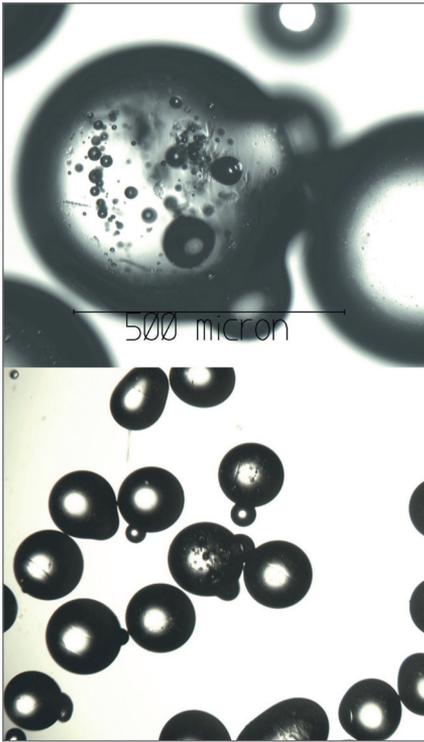


Abbildung 4 Lichtmikroskopische Bilder der verwendeten Glaskugeln

In unserem Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse (LabSPA) wurden Untersuchungen mit kommerziell erhältlichen Glaskugeln durchgeführt. Wie in Abbildung 4 zu erkennen ist, handelt es sich bei dem verwendeten Muster um recht homogen verteilte Glaskugeln von überwiegend guter Sphärizität. Die im Inneren des Materials eingeschlossenen Luftbläschen haben keinerlei Anteil an der äußeren Oberfläche der Kugeln. Somit ist dieses Material wie gefordert als unporös anzusehen.

Die Partikelgrößenverteilung wurde mittels Lasergranulometer CILAS 1180L bestimmt. In der zugehörigen Partikelgrößenverteilungskurve (Abbildung 5) sind erwartungsgemäß beide in der lichtmikroskopischen Aufnahme erkennbaren Partikelklassen repräsentiert. Der mittlere Partikeldurchmesser wurde durch die Gerätesoftware als 566  $\mu\text{m}$  berechnet. Unter Berücksichtigung der

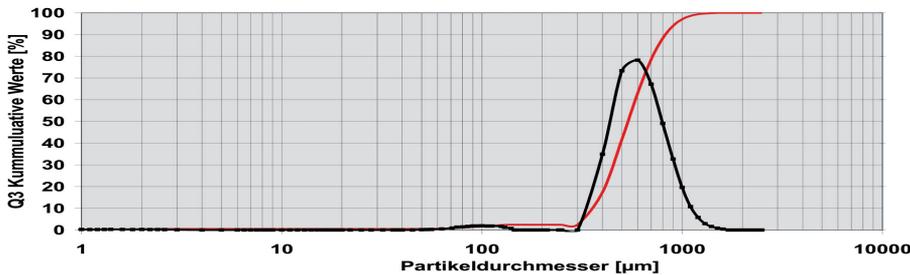


Abbildung 5 Partikelgrößenverteilung der verwendeten Glaskugeln (CILAS 1180 L)

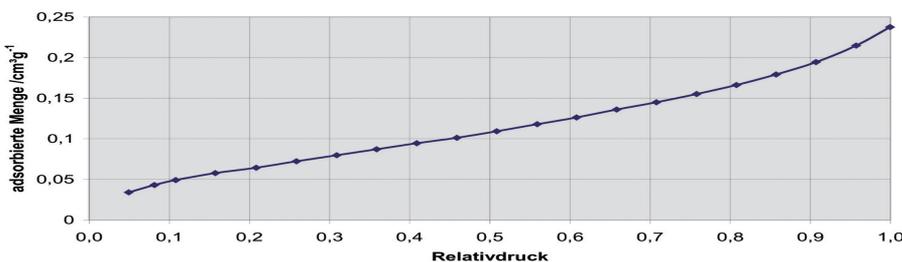


Abbildung 6 Isotherme der Gasadsorptionsmessung der monolithischen Probe bei optimiertem Totvolumen

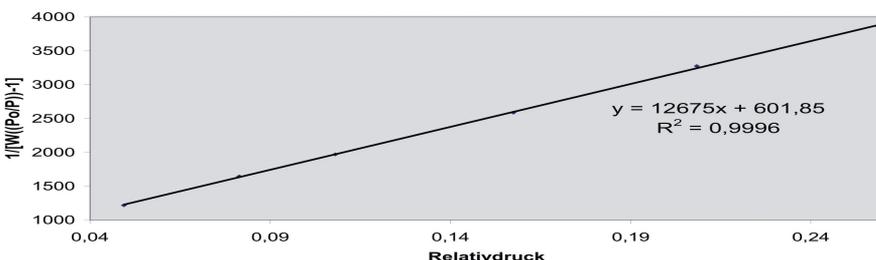


Abbildung 7 Mehrpunkt-N₂-BET der monolithischen Probe bei optimiertem Totvolumen

mit einem ULTRAPYC 1200e T gemessenen Dichte von  $\rho_{\text{Glas}}=2.49 \text{ g/cm}$  ergibt sich rechnerisch eine spezifische geometrische Oberfläche von  $O_{\text{Kugel}}=0.005 \text{ m}^2/\text{g}$ . Dies ist exakt der Wert, der auch mit der Krypton-BET-Methode bei einem Korrelationskoeffizienten der BET-Gerade von 0,9995 ermittelt wurde. Durch Bestimmung der Glaskugleinwaage bei der Präparation eines zu untersuchenden Probenstückes lässt sich sehr leicht der Anteil dieser Kugeln an der gesamten ermittelten Oberfläche dieser Probe bestimmen und vom Gesamtergebnis subtrahieren.

Bei der exemplarischen Gasadsorptionsmessung an der monolithischen Probe wurde diese in eine spezielle Messzelle eingebracht und das Totvolumen mit einer definierten Masse der bereits beschriebenen Glaskugeln aufgefüllt. Hierdurch wurde es möglich, diese spezielle Probe reproduzierbar zu analysieren (Abbildungen 6 und 7).

Bei der Untersuchung unterschiedlicher Teilstücke derselben monolithischen Probe ergaben sich unter Berücksichtigung der Glaskugeloberflächen sehr gute Übereinstimmungen der ermittelten spezifischen Mehrpunkt-N₂-BET-Oberflächen (Tabelle 1)

Probenbezeichnung	Einwaage [g]	Spezifische Oberfläche [m²/g]
Probe 1	4,4069	0,243
Probe 2	2,1374	0,244
Probe 3	3,7638	0,244

Tabelle 1 Vergleich BET unterschiedlicher Teilstücke derselben Probe

### Warum Krypton als Adsorptiv?

Bei sehr geringen Oberflächen, wie im Falle der oben erwähnten Glaskugeln, ist es notwendig auf Krypton als Adsorptiv auszuweichen. Wie in PARTIKELWELT 5 ausführlich erörtert, kann die Verwendung von Krypton als Adsorptiv die Analyse kleiner Oberflächen deutlich vereinfachen. Zu begründen ist dies mit den unterschiedlichen Sättigungsdampfdrücken ( $p_0$ ) von Stickstoff und Krypton. Üblicherweise werden Gasadsorptionsmessungen in einem Dewar durchge-

führt, der mit flüssigem Stickstoff gefüllt ist. Unter Standardbedingungen (STP) siedet flüssiger Stickstoff bei etwa 77 K. Der Sättigungsdampfdruck entspricht somit dem Umgebungsdruck (760 Torr). Da sowohl die Siedetemperatur als auch die Schmelztemperatur von Krypton deutlich über der von flüssigem Stickstoff liegen ( $T_{\text{Siede}}=119,93\text{ K}$ ,  $T_{\text{Schmelz}}=115,79\text{ K}$ ) nimmt man als Sättigungsdampfdruck den des unterkühlten flüssigen Krypton (2,63 Torr) an. Aufgrund dieses deutlich niedrigeren Sättigungsdampfdruckes befinden sich bei einem Dosierschritt bis zu 300-mal weniger Gasmoleküle innerhalb der Messzelle. Somit ist der Druckabfall bei einer nur kleinen adsorbierten Gasmenge deutlich höher und ist somit einfacher zu detektieren. Anhand des folgenden Rechenbeispiels sei dies gezeigt:

**Beispiel**

**Gasvolumina unter Standardbedingungen STP**

Eine Probe in der Messzelle hat eine absolute Oberfläche von  $1\text{ m}^2$ , das Volumen der Messzelle beträgt  $V_{\text{Messzelle}}=20\text{ cm}^3$ , der Relativdruck ist  $p/p_0=0,2$ . Die Berechnung führt zu adsorbierten Mengen Stickstoff von  $0,287\text{ cm}^3$  und für Krypton von  $0,222\text{ cm}^3$ . Somit verbleibt im Adsorptionsgleichgewicht jeweils in der Messzelle an Gas:

Stickstoff:

$$20 \times (760 \times 0,2) / 760 \times 273 / 77 = 14,144\text{ cm}^3$$

Krypton:

$$20 \times (2,6 \times 0,2) / 760 \times 273 / 77 = 0,046\text{ cm}^3$$

Dies bedeutet, dass im Falle von Stickstoff  $14,144 + 0,287 = 14,431\text{ cm}^3$  dosiert werden, wovon im Adsorptionsgleichgewicht 98 % in der Gasphase verbleiben. Die relative Druckänderung beträgt im Falle der Stickstoffadsorption also nur 2 % und ist schwer mit hoher Genauigkeit zu detektieren. Im Falle von Krypton werden  $0,046 + 0,222 = 0,268\text{ cm}^3$  dosiert, wovon nach der Adsorption nur 17 % in der Gasphase verbleiben. Damit beträgt die relative Druckänderung im Falle von Krypton 83 % und ist bei entsprechender Messtechnik wesentlich besser zu erfassen.

Es sei an dieser Stelle darauf hingewiesen, dass die Kryptonadsorption zur Bestimmung sehr kleiner spezifischer Oberflächen wesentliche Vorteile gegenüber Stickstoffmessungen hat. Da die Messung der Kryptonadsorption jedoch bei viel niedrigeren Drücken erfolgt, muss das Messgerät mit einer Turbomolekularpumpe und zusätzlichem Niederdrucksensor ausgestattet sein, d.h. das Messgerät muss eine sogenannte Krypton- oder Mikroporenoption besitzen. (Anmerkung: Die Kryptonadsorption wird nicht zur Bestimmung von Mikroporen eingesetzt, sie erfordert nur die gleiche Gerätehardware!)

Trotz der Messmöglichkeiten mit Krypton muss auch hier die in der Zelle befindliche Gasmenge möglichst gering gehalten werden, d.h. die Minimierung des Totvolumens ist auch in diesem Fall von großer Bedeutung, wie im Folgenden gezeigt wird.

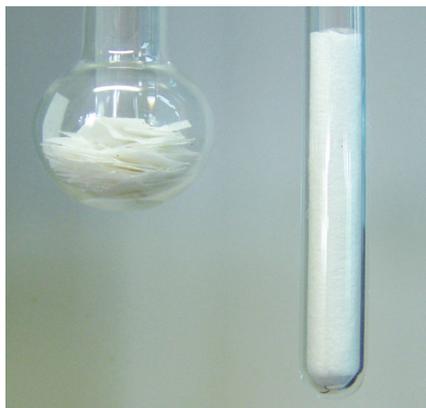


Abbildung 8 Messzellen mit der gleichen Probenmenge. Links unzureichend befüllt, rechts mit optimiertem Totvolumen

In beiden Messzellen von Abbildung 8 wurde eine vergleichbare Menge einer Papierprobe eingewogen. Auf der linken Seite wurde die Zelle nur sehr unzureichend mit einem „Konfettihaufen“ befüllt, wohingegen in der rechten Zelle mit einem gerollten Papierstreifen und einem geeigneten Füllstab das minimal mögliche Totvolumen realisiert wurde. In Abbildung 9 sieht man die zur linken Messzelle gehörige Kr-BET-Auswertung. Die experimentellen Werte werden durch die BET-Regressionsgerade nur unzureichend beschrieben. In Abbildung 10 zeigt sich dagegen eine sehr gute Übereinstimmung, welche allein durch Optimierung des Totvolumens erzielt

wurde. Bei der mit der linken Zelle durchgeführten Messung wurde die spezifische Oberfläche mit  $0,16\text{ m}^2\text{g}^{-1}$  berechnet, bei der entsprechenden Messung mit der rechten Zelle mit  $0,14\text{ m}^2\text{g}^{-1}$ . Der Messfehler der spezifischen Oberfläche liegt bei der nicht optimalen Messung immerhin bei nahezu 15 %.

**Fazit**

Zur Bestimmung kleiner spezifischer Oberflächen bzw. entsprechender Porenvolumina und Porenverteilungen von nicht pulverförmigen Proben stehen bei QUANTACHROME verschiedene Möglichkeiten zur Verfügung, die Messgrenze von Standard-Stickstoffmessungen nach unten zu verschieben. Neben der Nutzung auf die Proben optimierter Messzellen gehören hierzu die Verwendung von Füllmaterial zur Verringerung des freien Gasvolumens und die Verwendung von Krypton bei 77 K als Messgas. Diese Möglichkeiten sind nicht nur mit der QUANTACHROME-Messtechnik gegeben, besonders mit dem AUTOSORB-1-MP und dem QUADRASORB MP, sondern stehen auch im LabSPA für den Test Ihrer Proben sowie für Auftragsmessungen und Methodenentwicklungen bereit.

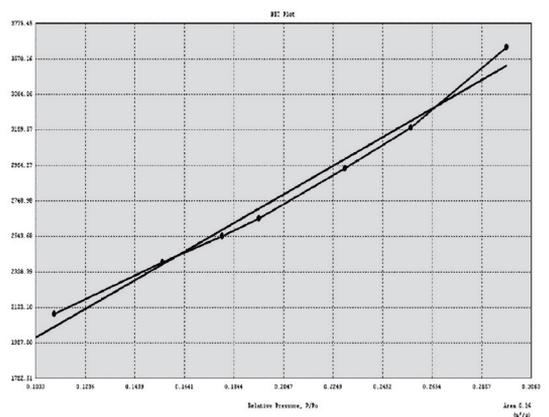


Abbildung 9 Kr-BET-Auswertung einer Papierprobe bei zu großem Totvolumen

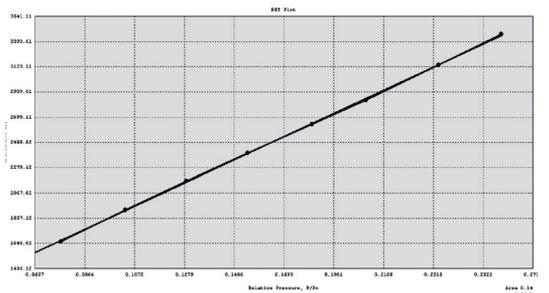


Abbildung 10 Kr-BET-Auswertung einer Papierprobe bei optimiertem Totvolumen

## LabSPA informiert

### Liste an Auftragsmessungen zur Charakterisierung von Pulvern, Dispersionen und porösen Stoffen

Das LabSPA (Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse) bietet ein komplettes Programm an Messungen zur Charakterisierung von Dispersionen, Pulvern und porösen

Stoffen. Finden Sie im Folgenden die wesentlichsten Messmöglichkeiten als Übersicht aufgeführt. Wenden Sie sich gerne an uns, wenn Sie weitere Informationen wünschen oder an

einem Angebot für eine Methodenentwicklung oder Einzelmessungen interessiert sind.

Art.-Nr.	Stichwort	Leistungsbeschreibung
<b>Partikelgrößenanalyse</b>		
90001	Partikelgrößenverteilung/ Laserbeugungsmethode - Nassmessung	Bestimmung an CILAS-Granulometern nach ISO 13320-1 in Wasser als Dispergiermedium. Messbereich 0,04 µm bis 2500 µm. Die exakten Versuchsbedingungen (Leitungswasser oder entionisiertes Wasser, Ultraschallbehandlung, Dispergierhilfsmittel etc.) werden in Absprache festgelegt.
96712	Partikelgrößenverteilung/ Laserbeugungsmethode - Trockenmessung	Bestimmung an CILAS-Granulometern nach ISO 13320-1 mittels Trockendispergierung. Messbereich 0,1 µm bis 2500 µm.
90002	Partikelgrößenverteilung/ Laserbeugungsmethode in Isopropanol	Wie Art. 90001 (ISO 13320-1), jedoch mit Isopropanol als Dispergiermedium.
90003	Partikelgrößenverteilung/ Laserbeugungsmethode in anderen Dispergiermedien	Wie Art. 90001 (ISO 13320-1), jedoch Messung in alternativen Flüssigkeiten, unter Verwendung des kleinvolumigen Dispergiermoduls
90004	Partikelformanalyse / digitale Bildanalyse	statistische Auswertung von Partikelgrößen und Partikelformparametern (Formfaktor, Perimeter, Oberfläche, Äquivalentdurchmesser, etc.) mit Cilas Granulometern. Auswertebereich ab ca. 1 µm
v90006	Partikelgrößenverteilung durch Akustik-Spektroskopie	Akustik-Spektrometer (DT-1200 oder DT-100), Messung der frequenzabhängigen Ultraschallabschwächung mit Partikelgrößenberechnung, Messung in Originalkonzentration der Probe bis ca. 50 Vol.-%, Messbereich 5 nm bis 1000 µm Partikelgröße.
<b>Zetapotenzial</b>		
90007	Zetapotenzialmessung	Elektroakustik-Spektrometer (DT-1200 oder DT-300), Messung des kolloidalen Vibrationsstromes (CVI) mit Zetapotenzialberechnung, Messung in Originalkonzentration der Probe bis ca. 50 Vol.-%.
90008	Zetapotenzialmessung als Funktion des pH-Wertes (Titration)	Wie Art. 90007 (DT-1200 oder DT-300), jedoch Messung bei unterschiedlichen pH-Werten (möglicher pH-Wert-Bereich: 0,5 bis 13,5) durch Hin- und Rücktitration, Ermittlung des isoelektrischen Punktes.
90009	Messung der dielektrischen Permittivität	Bestimmung der Dielektrizitätskonstante als Maß der Durchlässigkeit der Dispersion für ein elektrisches Feld
<b>Rheologie und Schallgeschwindigkeit</b>		
96624	Dehnviskositätsmessung akustisch	Bestimmung der dynamischen Viskosität, der Kompressibilität sowie der Schallgeschwindigkeit

Art.-Nr.	Stichwort	Leistungsbeschreibung
----------	-----------	-----------------------

### **Stabilität von flüssigen Dispersionen: Emulsionen, Suspensionen, Schäume**

90010	Stabilität (Kurzzeit)	Stabilitätsanalyse durch optisches Abscannen (Turbiscan-Prinzip) Kurzzeitmessung
90145	Stabilität (Kurzzeit)	Stabilitätsanalyse durch optisches Abscannen (Turbiscan-Prinzip) Kurzzeitmessung bei 3 unterschiedlichen Temperaturen
90011	Stabilität (Langzeit)	Stabilitätsanalyse durch optisches Abscannen (Turbiscan-Prinzip) Langzeitmessung
90146	Stabilität (Langzeit)	Stabilitätsanalyse durch optisches Abscannen (Turbiscan-Prinzip) Langzeitmessung bei 3 unterschiedlichen Temperaturen
90012	Schweröl-Charakterisierung	Stabilitätsmessung von Schwerölen (Heavy Fuel Charakterisierung nach ASTM D7061)

### **Trocknungsverhalten von Beschichtungen und Filmen**

90013	Trocknungsverhalten: Kurzzeituntersuchungen	Analyse des Trocknungsverhaltens durch optische A.S.I.I.-Technologie (Adaptive Speckle Imaging Interferometry), Kurzzeitmessung mit HORUS
90014	Trocknungsverhalten: Langzeituntersuchungen	Analyse des Trocknungsverhaltens durch optische A.S.I.I.-Technologie (Adaptive Speckle Imaging Interferometry), Langzeitmessung mit HORUS

### **Quecksilberporosimetrie - Porenvolumen/Porengröße/Porengrößenverteilung**

90015	Porengrößenverteilung/ Porenvolumen	Durch Quecksilberintrusion: Messbereich von ca. 1000 µm bis 0,0036 µm Porendurchmesser, Porenvolumen und Porengrößenverteilung (DIN 66133), Aufzeichnung der Extrusion mit der Möglichkeit zusätzlicher Aussagen über die Porenstruktur, Bestimmung am POREMASTER.
90020	Erweiterte Porosimetrie	Wie Art. 90015, jedoch zusätzlich die Rohdichte (DIN 66137) und die Bestimmung der Porosität in Prozent (mittels Rohdichte aus der Quecksilberporosimetrie und der Dichte aus der Heliumpyknometrie).

### **Gasadsorption - Spezifische Oberfläche**

90021	Mehrpunkt BET mit Stickstoff	Spezifische Oberfläche mittels Mehrpunkt-BET-Analyse, durch Stickstoffsorption bei 77 K, nach DIN ISO 9277 (Volumetrische Methode). Standard ist eine 5-Punkt-Messung; Alternativen auf Kundenwunsch. Erfordert mindestens 1 m <sup>2</sup> Probenoberfläche in der Probenzelle, Bestimmung mit NOVA, QUADRASORB SI oder AUTOSORB.
90022	1-Punkt BET mit Stickstoff	Spezifische Oberfläche mittels Einpunkt-BET-Analyse (P/P <sub>0</sub> = 0,3), durch Stickstoffsorption bei 77 K, nach DIN ISO 9277 (Dynamische Methode). Erfordert mindestens 0,3 m <sup>2</sup> Probenoberfläche in der Probenzelle, Bestimmung mit MONOSORB.
90023	Mehrpunkt BET mit Krypton (für kleine Oberflächen)	Spezifische Oberfläche mittels Mehrpunkt-BET-Analyse, durch Kryptonsorption bei 77 K, nach DIN ISO 9277 (Volumetrische Methode). Standard ist eine 5-Punkt-BET, Alternativen auf Kundenwunsch. Krypton-BET ist die Methode für Probenoberflächen kleiner 1 m <sup>2</sup> in der Probenzelle, Bestimmung mit AUTOSORB oder QUADRASORB SI Kr/MP.
90024	Mikroporenoberfläche / Mikroporenvolumen	Mikroporenoberfläche und -volumen durch Stickstoffsorption bei 77 K, Auswertung nach t-Methode oder Dubinin-Radushkevich nach DIN 66135-3 (Volumetrische Methode). Analysenbericht beinhaltet auch Mehrpunkt-BET- Auswertung. Bestimmung mit NOVA, QUADRASORB SI oder AUTOSORB.

Art.-Nr.	Stichwort	Leistungsbeschreibung
<b>Gasadsorption - Porenvolumen / Porengröße / Porengrößenverteilung</b>		
90025	BET-Oberfläche / Porenvolumen / Mittlere Porengröße	Bestimmung durch Stickstoffsorption bei 77 K. Bestimmung mit NOVA, QUADRASORB SI oder AUTOSORB.
90026	Standard-Mesoporenanalyse (BJH)	Bestimmung durch Stickstoffsorption bei 77 K, 20 Punkte Adsorption plus 19 Punkte Desorption. Maximal detektierbarer Porendurchmesser ca. 0,4 µm (begrenzt durch die Methode der Gassorption). Analyse beinhaltet neben der BJH-Porengrößenverteilung (DIN 66134) und dem Porenvolumen auch die Mehrpunkt-BET-Oberfläche (DIN ISO 9277), Bestimmung mit NOVA, QUADRASORB SI oder AUTOSORB.
90027	Hochauflösende Mesoporenanalyse	Wie Art. 90026 jedoch 40 Punkte Adsorption und 39 Punkte Desorption
90028	Mikroporenanalyse	Bestimmung durch Stickstoffsorption bei 77 K mit AUTOSORB-1-MP mit 1 Torr-Option, auf Anfrage auch Argon bei 87 K bzw. Kohlendioxid bei 273 K. Neben den Standardauswertungen BET und Porenvolumen wird die Mikroporenverteilung mit dem für die Probe geeignetsten Auswertemodell durchgeführt (DR, DA, HK, SF, DFT, GCMC); Grundlage DIN 66135, Teil 1 bis 4.
90029	Mikroporen- und Mesoporenanalyse	Bestimmung durch Stickstoffsorption bei 77 K, ca. 70 Punkte Adsorption plus ca. 20 Punkte Desorption. Neben den Standardauswertungen BET, Porenvolumen und BJH (DIN 66134) wird, je nach Probenmaterial und Kundenanforderung, die geeignetste Mikroporenanalyse durchgeführt (DR, DA, HK, SF, DFT); Grundlage DIN 66135, Teil 1 bis 4.
96884	Mikroporenanalyse an Kohlenstoffen	Bestimmung durch Kohlendioxid-Sorption (ca. 40 Messpunkte Adsorption) bei 273 K (andere Temperaturen auf Anfrage möglich); Auswertung von Porengrößenverteilung, Porenvolumen und spez. Oberfläche mittels NLDFT; Porengrößenbereich 0,35 nm bis 1,5 nm.
96885	Isothermenmessungen (nicht korrosive Gase)	Sorptionsmessung von beliebigen, nicht korrosiven Gasen als Adsorptionsisotherme. Druckbereich und Messtemperatur in Absprache; als Resultat wird die physisorbierte Menge als Funktion des Druckes erhalten.
90030	Auswertung von Gassorptionsmessungen (aus Fremddaten) nach modernsten Auswerteverfahren	Auswertung von Gassorptionsmessungen (aus Fremddaten) nach modernsten Auswerteverfahren. Berechnung von Porengrößenverteilungen aus übermittelten Fremddaten (ASCII-Dateien). Beinhaltet Einlesen der Daten in die Software des QUANTACHROME-AUTOSORB, Auswertungen nach der Dichtefunktionaltheorie (DFT) und/oder Mont-Carlo-Simulation (GCMC).

### Wasserdampfsorption

90081	Wasserdampfisotherme (Adsorption und Desorption)	Bestimmung der Wasserdampfsorption bis ca. 96 % relative Feuchte in 10 verschiedenen Feuchtestufen (nach Absprache), in einem Temperaturbereich von 12 bis 85°C, Adsorption und Desorption, Bestimmung am HYDROSORB.
90082	Wasserdampfisotherme (Adsorption)	Wie Art. 90081, jedoch nur Adsorption
90083	Hochauflösende Wasserdampfisotherme	Wie Art. 90081, aber bis zu 40 Feuchtestufen
90084	Wasserdampfisotherme, Hystereseverhalten	Wie Art. 90081, aber mit wiederholter Adsorption und Desorption, Bestimmung am HYDROSORB.
90085	Wasserdampfisothermen incl. Bestimmung der Adsorptionswärme	Wie Art. 90081, zusätzlich Adsorption bei anderer Temperatur (nach Kundenvorgabe) und hieraus zusätzlich Berechnung der Wasserdampfsorptionsenthalpie nach Clausius-Clapeyron, Bestimmung am HYDROSORB.

Art.-Nr.	Stichwort	Leistungsbeschreibung
<b>Chemisorption / TPD / TPR / TPO</b>		
90086	Chemisorptionsanalyse	Bestimmung der Monoschichtkapazität, Dispersionsgrad (DIN 66136-1), aktive Oberfläche etc., Messgase nach Kundenwunsch: H <sub>2</sub> , NH <sub>3</sub> , CO, CO <sub>2</sub> , O <sub>2</sub> → bitte Messgas angeben
90087	TPD/TPR/TPO	Kundenspezifische temperaturprogrammierte Desorption / Reduktion / Oxidation, Bestimmung der Aktivierungsenergie und / oder Desorptionsenergie.

<b>Dichte</b>		
90088	Dichte (wahre Dichte)	Bestimmung durch Heliumpyknometrie bei 25°C (DIN 66137-2), andere Temperaturen auf Anfrage möglich. Bei speziellen Proben wird, nach Absprache, Stickstoff als Messgas verwendet, Bestimmung am ULTRAPYCNOMETER.
90089	Stampfdichte	Bestimmung durch definiertes Verdichten am DUAL AUTOTAP (DIN ISO 787/11): Probenvolumen (Dichte) wird nach je 500 Stampfzyklen ermittelt und Verdichtung solange fortgesetzt bis das Probenvolumen konstant ist.
90114	Schüttdichte	Für Pulver und Granulate im Messzylinder
90090	Rohdichtebestimmung	Gravimetrische Bestimmung durch Quecksilberpyknometrie bei Umgebungsdruck (Offene Poren größer 15 µm werden hierbei nicht berücksichtigt).
90091	Schaumstoffcharakterisierung	Durch Stickstoffpyknometrie sind folgende Analysen möglich: Offenzelligkeit bzw. Geschlossenzelligkeit, Schaum-Kompressibilität im Druckbereich 2 - 20 PSI (ca. 0,13 - 1,3 bar), DIN EN ISO 4590.

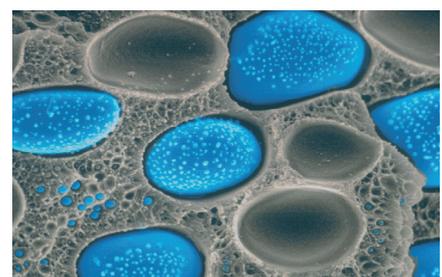
<b>Weitere Messmethoden</b>		
90116	Lichtmikroskopie	in Absprache
90117	Rasterelektronenmikroskopie	in Absprache
90118	Thermoanalyse (TG/DTA/DSC)	in Absprache
90119	Strukturanalyse	in Absprache
90120	Chemische Analytik	in Absprache
90115	Methodenentwicklung	Kombinierte Anwendung von Analysenmethoden mit dem Ziel, die Anwendbarkeit der Methoden für eine Aufgabenstellung zu untersuchen

**Weltneuheit:**

*Mikro-rheologische Untersuchungen mit dem RHEOLASER LAB*

Ab sofort nehmen wir Testproben für das erste mikro-rheologische Analysegerät RHEOLASER LAB entgegen. Gerne besprechen wir im Vorfeld die Möglichkeiten und senden Ihnen Informationen. Der RHEOLASER LAB ermöglicht mikro-rheologische Untersuchungen, wie Bestimmung der Schubmodule G'

und G'', Bestimmung eines Viskositäts- und eines Elastizitätsfaktors u.a. Parameter.



## QUANTACHROME-Analysegeräte in der Lebensmittelindustrie

QUANTACHROME-Analysetechnik wird in vielen Bereichen eingesetzt, wie in der Forschung und Entwicklung sowie Qualitätskontrolle z.B. der keramischen und Baustoffindustrie. Verstärkt erfolgt der Einsatz „rund um das Partikel“ auch in der Lebensmittelindustrie. Aus den im Folgenden aufgeführten Parametern geht hervor, dass verschiedene analytische Methoden und Messgeräte von QUANTACHROME auch bei der Untersuchung von Lebensmitteln, Kosmetika und pharmazeutischen Produkten zum Einsatz kommen:

- Partikelgrößenverteilung mittels Laserbeugung nach ISO 13320,
- Partikelformanalyse,
- Stabilität von konzentrierten Dispersionen ohne jedwede Veränderung der Probe,
- BET-Oberfläche von Pulvern und porösen Stoffen nach ISO 9277,
- Porengrößenverteilung mittels Gasadsorption und Quecksilberporosimetrie von etwa 3 Nanometer bis ca. 1 Millimeter,
- Bestimmung der Dichte (Feststoffdichte) und Klopfdichte (tap density) entsprechend ASTM- und DIN-Normen,
- Adsorptions- und Desorptionsverhalten gegenüber Wasserdampf.

Das LabSPA (Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse) verfügt über all diese Methoden, das Know-how und die Messgeräte zur Bestimmung dieser und weiterer Parameter. Auf diese Weise können wir z.B. Lebensmittelproben von der repräsentativen Probenahme und Probenteilung mit dem QUANTACHROME MICRORIFFLER bis zum professionellen Ergebnisbericht in deutscher Sprache mit Diskussion der Messdurchführung und der Ergebnisse untersuchen. Besonders in für viele Firmen ökonomisch schwierigeren Situationen kann es sehr hilfreich sein, durch Auftragsanalysen und Methodenentwicklungen im LabSPA zu Messergebnissen zu kommen, wenn sich eine Geräteschaffung nicht rentiert oder eine solche Investition verschoben werden muss.



Abbildung 1 AUTOTAP und DUAL AUTOTAP zur Bestimmung der Stampfdichte von Pulvern

Ein traditioneller und wesentlicher Parameter zur Beschreibung eines Pulvers ist die sogenannte Stampfdichte (Klopfdichte, tap density), die routinemäßig in vielen Bereichen bestimmt wird, wo es um Produktion und Weiterverarbeitung von Pulvern geht. Die beiden Messgeräte AUTOTAP und DUAL AUTOTAP arbeiten nach einer Reihe internationaler Normen, wie z.B.:

- ASTM D4781 Feine Katalysator- und Katalysatorträgerpartikel
- ASTM D4164 Katalysator- und Katalysatorträger
- ASTM B 527 Metallische Pulver und Verbindungen
- ISO 787-11 Pigmente
- ISO 3953 Metallische Pulver
- ISO 8460 Instantkaffee
- ISO 8967 Milchpulver

In der Lebensmittelindustrie, als typischem Bereich für die Bedeutung der Stampfdichte, gibt es verschiedene Stoffgruppen, bei denen das AUTOTAP und das DUAL AUTOTAP von QUANTACHROME angewendet werden können.

Kontaktieren Sie uns gerne für weitere Informationen zum AUTOTAP bzw. DUAL AUTOTAP. Vorteilhaft kann auch eine komplette Oberflächen-, Poren- und Dichtebestimmung Ihrer Pulvermaterialien sein, die wir im LabSPA gerne für Ihre Proben vornehmen, wenn sich keine Anschaffung kompletter Messgerätepaletten für Sie lohnt:

- Stampf- und Schüttdichte mit dem AUTOTAP aus dem Volumen des Feststoffs einschließlich Poren und Zwischenkornvolumen (geschüttete Probe und gestampfte Probe)
- Rohdichte (scheinbare Dichte) mit dem POREMASTER aus dem Volumen des Feststoffs einschließlich der Poren (POREMASTER bestimmt außerdem die Porosität, das Porenvolumen und die Porengrößenverteilung)
- Dichte (wahre Dichte) mit dem ULTRAPYCNOMETER aus dem Volumen des Feststoffs.
- Spezifische Oberfläche nach BET (z.B. mit der NOVA)
- Partikelgröße mit dem CILAS-Granulometer 1180 u.a.m.



## Das QUANTACHROME- 6 Punkte-Konjunkturprogramm

Liebe Leser und Leserinnen,

QUANTACHROME hat sich besonders in den letzten Jahren ausgezeichnet entwickelt und geht mit Selbstbewusstsein und auf einer stabilen Basis durch die momentan für viele Unternehmen schwierigen Zeiten. Ungeachtet unserer durch die Anstrengungen der letzten Jahre sehr positiven Situation hören wir inzwischen oft von unseren Gerätenutzern und Interessenten, wie schwierig sich die Umsatzsituation vieler Unternehmen seit Jahresbeginn gestaltet und wie deshalb Investitionen gestoppt oder zumindest verschoben werden. Dies betrifft die unterschiedlichsten Branchen und es bleibt zu befürchten, dass sich für viele Unternehmen das schwierige ökonomische Umfeld nicht schnell zum Besseren verändern wird. Es kommt hinzu, dass sich in wirtschaftlich unsicheren Zeiten auch strukturell gesunde Unternehmen trotz dringenden Bedarfs schwer tun, langfristige Investitionsentscheidungen zu fällen.

Als ein führender Anbieter von Messtechnik auf dem Gebiet Charakterisierung von Dispersionen, Pulvern und porösen Stoffen, aber auch von entsprechenden analytischen Dienstleistungen des LabSPA, haben wir uns Gedanken gemacht, wie Sie vielleicht auch in der für Ihr Unternehmen schwierigen Phase zu wichtigen Messergebnissen kommen können. Im Folgenden finden Sie Möglichkeiten aufgeführt, über die wir bei Interesse gerne mit Ihnen reden, wir nennen es das QUANTACHROME-6 Punkte-Konjunkturprogramm. QUANTACHROME ist bereit, durch zusätzliche Investitionen in den eigenen Messgerätebestand und durch Flexibilität bei vielen Fragestellungen zusätzliche Möglichkeiten anzubieten:

**1. Auftragsanalytik:** Unser erfahrenes Laborpersonal steht Ihnen mit unserem kompletten Gerätepark für wissenschaftliche Analysen zur Verfügung. Möglich sind sowohl die Untersuchung einzelner oder weniger Proben, aber auch die Bearbeitung regelmäßiger Probeneingänge. Sprechen Sie uns an bzgl. der notwendigen Bearbeitungszeiten, damit wir flexibel reagieren können und in jedem Fall die zugesicherte Bearbeitungszeit einhalten. Da die Messungen direkt bei uns im LabSPA durchgeführt werden, sind kurzfristige Analysen möglich.

**2. Kurz- und Langzeitmieten:** Zur Überbrückung von Engpässen stellen wir Ihnen ein für Sie geeignetes Messgerät zur Verfügung. Nach Ablauf der Mietdauer können Sie das Gerät unter anteiliger Anrechnung der bis zu diesem Zeitpunkt gezahlten Mieten übernehmen.

**3. Geräteleasing:** Über eine vertraglich festgelegte Laufzeit stellen wir Ihnen ein geeignetes Messgerät zur Verfügung. Auf Wunsch können in den fixen monatlichen Kosten eventuell anfallende Servicekosten bereits enthalten sein. Nach Ablauf des Leasings steht Ihnen offen, ob Sie weiterleasen, das Messgerät übernehmen wollen, sich für einen anderen Gerätetyp entscheiden oder das Gerät zurückgeben.

**4. Miet-Kauf:** Während einer festgelegten Mietperiode zahlen Sie eine vorher vereinbarte Miete. Nach Zahlung der vorab vereinbarten Schlussrate gehört das Gerät Ihnen.

**5. Methodenentwicklungen:** Haben Sie Produktprobleme, die Sie sich nicht erklären können bzw. suchen Sie ein Messverfahren zur Lösung neuer Aufgaben, so können wir Ihnen nach Absprache eine Methodenentwicklung anbieten. Dies verhindert bei Ihnen

langwierige Tests und das zeitaufwendige Einarbeiten in für Sie neue Messmethoden, wenn der Erfolg dafür unsicher ist. Wir beraten Sie zu den Messmethoden und bieten auch sogenannte Staffelpreise für die Methodenentwicklung an, wobei das Gesamtprojekt in kleine Teilprojekte zerlegt wird und erst mit neuen Messungen fortgefahren wird, wenn das vorherige Teilprojekt für Sie erfolgversprechend war.

**6. Schulungsangebote:** Auch in gesamtwirtschaftlich schwieriger Zeit werden Anfragen zu Geräteschulungen an uns herangetragen, da einige Firmen notwendige Kurzarbeit mit der Schulung ihrer Mitarbeiter(innen) verbinden. Wir stellen uns auf diese Bedürfnisse ein. Im März und April 2009 fanden sowohl NOVA-, QUADRASORB- und AUTOSORB- als auch Partikelgrößen- und Zetapotenzial-Geräteschulungen in unserem Hause statt. Auch externe Schulungen, d.h. Schulungsseminare direkt bei den Firmen, wurden in jüngster Zeit realisiert. Sprechen Sie uns im Bedarfsfall an. Ein Schulungsangebot finden Sie in dieser PARTIKELWELT aufgeführt: Auch in diesem Jahr wird unser 3-tägiges Weiterbildungsseminar im November stattfinden, dieses Mal in der schönen Stadt Wernigerode. Für die Teilnahme am Weiterbildungsseminar bieten wir Ihnen eine hohe Flexibilität an: 1-, 2- oder 3-Tagesteilnahme am Weiterbildungsseminar sind möglich, ein Frühbucherrabatt wird bis Ende September gewährt.

Senden Sie uns eine E-Mail ([info@quantachrome.de](mailto:info@quantachrome.de)) oder rufen Sie uns an, wenn wir Ihnen mit einer unserer Aktionen behilflich sein können. Wir wünschen Ihnen, Ihrer Firma und Arbeitsgruppe gutes Gelingen und von Herzen auch das notwendige Glück!

## Messen und Seminare

Kompetente Ansprechpartner von QUANTACHROME stehen Ihnen auf Messen, vielen Fachtagungen,

Weiterbildungsseminaren und Geräteschulungen gerne zur Verfügung:

**CERAMITEC** 20.-23. Oktober 2009 in München, Halle B6 Stand 104  
Ausstellungsstand mit Messtechnik speziell zur Charakterisierung von keramischen Pulvern, Grün- und gebrannten Formkörpern sowie keramischen Schlickern



### Weiterbildungsseminar 10.-12. November 2009 in Wernigerode „Charakterisierung feindisperser und poröser Stoffsysteme“

Wir laden Sie ganz herzlich zu unserer diesjährigen Weiterbildungsveranstaltung am 10., 11. und 12.11.2009 nach Wernigerode ein. Das Weiterbildungsseminar beschäftigt sich vertieft

**am 10.11.**

mit Partikelgröße, Partikelform und Trocknungsverhalten,

**am 11.11.**

mit Stabilität von Dispersionen, Zetapotenzial und spezielle rheologische Untersuchungen und

**am 12.11.**

mit der Charakterisierung von Oberflächen und porösen Strukturen.

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 durchgeführt (1. und 2. Tag) bzw. andere Versuchsdurchführungen detailliert dargestellt (3. Tag), um sich praxisnah über Ergebnisse, Möglichkeiten und Lösungen auszutauschen. Wir begrüßen Sie ganz herzlich in Wernigerode.

Wernigerode, „Bunte Stadt am Harz“



**1. Tag (10.11.2009)**

**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, Dispergiermethoden (nass und trocken), Dispergiermittel, Live-Experiment mit dem CILAS 1190 mit Diskussion.

## 2. Tag (11.11.2009)

### 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, TURBISCAN-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 sowie mikro-rheologische Untersuchungen mit einer gerätetechnischen Neuentwicklung, Grundlagen und Theorie, praktische Beispiele und Interpretationen,
- Live-Experimente zur Stabilität und Zetapotenzialmessung von Dispersionen in Originalkonzentration sowie zur Bestimmung mikro-rheologischer Parameter von Dispersionen, Durchführung, Interpretation der Daten,

#### Teilnahmegebühr Wernigerode:

<b>1-tägiges Seminar:</b>	160,- Euro zzgl. MWSt. (Brutto 190,40 Euro),
<b>Frühbucherpreis</b>	120,- Euro zzgl. MWSt. (Brutto 142,80 Euro)
<b>2-tägiges Seminar:</b>	290,- Euro zzgl. MWSt. (Brutto 345,10 Euro),
<b>Frühbucherpreis</b>	230,- Euro zzgl. MWSt. (Brutto 273,70 Euro)
<b>3-tägiges Seminar:</b>	360,- Euro zzgl. MWSt. (Brutto 428,40 Euro)
<b>Frühbucherpreis</b>	280,- Euro zzgl. MWSt. (Brutto 333,20 Euro)

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

- Praktische Anwendungsbeispiele, Diskussion unterschiedlicher Probenarten (Suspensionen und Emulsionen) und Fragestellungen, Messdurchführungen, Tipps und Tricks.

## 3. Tag (12.11.2009)

### 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 Gasadsorption 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.

Angehörigen von Universitäten und Fachhochschulen werden auf Anfrage Sonderkonditionen gewährt, welche ebenfalls einen Frühbucherabatt bis 30.09.2009 erhalten.



**Quantachrome**  
Your partner in  
particle characterization

[www.quantachrome.eu.com](http://www.quantachrome.eu.com)