

# PARTIKEL

# WELT

Aktuelle Fachbeiträge von QUANTACHROME

Ausgabe 12 • Oktober 2010

## Weiterbildungsseminar

"Charakterisierung von Dispersionen, Pulvern und porösen Stoffen" in Hamburg

## Mikrorheologie von Dispersionen

mit dem RHEOLASER am Beispiel von Anstrichfarben

## Das neue AUTOSORB-iQ:

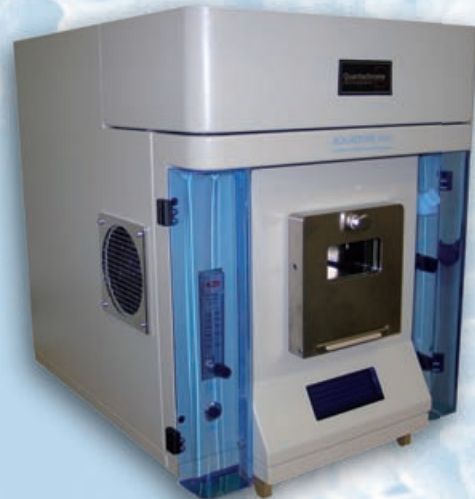
höchste Flexibilität in der Oberflächen- und Porositätsanalyse

**NEU:** POROMETER 3G-Serie zur exakten und umfassenden Charakterisierung von Filtern, Membranen u.a. durchgehenden Porensystemen

AUTOSORB-iQ-MP



AQUADYNE DVS



POROMETER 3G zh



Liebe Leserinnen und Leser,

mit einer ganzen Reihe von Neuentwicklungen hat QUANTACHROME seine Möglichkeiten zur Charakterisierung von Dispersionen, Pulvern und porösen Stoffen weiter ausgebaut:



- Die **POROMETER 3G-Serie** zur exakten und umfassenden Charakterisierung von Filtern, Membranen, Textilien, Papier, Vlies und anderen Materialien mit durchgehenden Poren ergänzen hervorragend die QUANTACHROME-Messtechnik auf dem Gebiet der Oberflächen- und Porenanalyse! Interessenten auf diesem Gebiet profitieren zukünftig von unserer Betreuung, den QUANTACHROME-Weiterbildungsseminaren, unserem Service und dem LabSPA für die entsprechende Test- und Auftragsanalytik.
- Das **AUTOSORB-iQ** stellt mit einer optionalen zweiten Messstation, vielen neuen Steuerungsoptionen sowie einer integrierten, softwaregesteuerten und vollautomatischen Probenvorbereitung eine neue Gerätegeneration im Bereich Gasadsorption dar.
- Der **RHEOLASER** ermöglicht mikro-rheologische Aussagen bei der Charakterisierung von Dispersionen, Polymeren und Gelen.
- Das **AQUADYNE DVS** als Zweistationengerät zur Analyse der dynamischen Wasserdampfsorption ist prädestiniert zur Untersuchung von Pharmazeutika, Lebensmitteln, hydrophoben Adsorbentien u. a. Materialien.
- Der **ZETA-READER** zur Bestimmung des Zetapotenzials bei Visualisierung der Partikel und Agglomerate ermöglicht die Untersuchung verdünnter Dispersionen.

Dieser außerordentliche Zuwachs an Messtechnik stellt natürlich hohe Anforderungen an unser Team. Aktuell wird das LabSPA (Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse) aufgrund der vielen Test- und Auftragsmessungen, Methodenentwicklungen, Problemlösungen, der Vertriebsunterstützung sowie der Weiterbildungsveranstaltungen für Kunden und Interessenten personell und gerätetechnisch weiter ausgebaut. QUANTACHROME bleibt bei der Charakterisierung von Dispersionen, Pulvern und porösen Stoffen auf Erfolgskurs!

Vom 29.-31.März 2011 findet unser nächstes Weiterbildungsseminar zur Charakterisierung von Dispersionen, Pulvern und porösen Stoffen in Hamburg statt. Nutzen Sie die Möglichkeit, sich mit uns über Messmethoden, Ergebnisse und Erfahrungen auszutauschen sowie Ihre konkreten Fragestellungen direkt mit uns zu besprechen. Zusätzlich dazu werden wir die neueste Messtechnik, wie POROMETER 3G zh, DT-1201, RHEOLASER, TURBISCAN, ZETA-READER und CILAS 1190 mit EXPERT SHAPE in Hamburg präsentieren. Beachten Sie bitte das beiliegende Faltblatt für die Anmeldung sowie die Frühbuchepreise bis zum 31.01.2011.

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

Ihr Dr. Dietmar Klank

NEU: POROMETER 3G-Serie zur exakten und umfassenden Charakterisierung von Filtern, Membranen u.a. durchgehenden Porensystemen ..... 3

Das neue AUTOSORB-iQ: höchste Flexibilität in der Oberflächen- und Porositätsanalyse..... 4

ZETA-READER: Zetapotenzial, elektro-phoretische Mobilität und Partikeldarstellung verdünnter Dispersionen in Echtzeit..... 5

AQUADYNE DVS: dynamische, gravimetrische Wasserdampfsorption mit zwei Messstationen ..... 6

Untersuchung der Wirkungsweise gängiger Zementfließmittel durch akustische Spektrometrie und Elektroakustik..... 7

Mikrorheologie von Dispersionen mit dem RHEOLASER am Beispiel von Anstrichfarben ..... 14

Untersuchung der Stabilität von Drucktinten mit dem TURBISCAN Lab ..... 17

Weiterbildungsseminar „Charakterisierung von Dispersionen, Pulvern und porösen Stoffen“ in Hamburg..... 19

**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

**NEU: POROMETER 3G-Serie**  
**zur exakten und umfassenden Charakterisierung von**  
**Filtern, Membranen u.a. durchgehenden Porensystemen**



**Presseinfo**  
**QUANTACHROME GmbH & Co. KG,**  
**25. September 2010:**

QUANTACHROME Instruments hat mit sofortiger Wirkung wesentliche Bereiche der Firma WENMAN Scientific, einem Hersteller von Kapillarflow-Porometern, in das eigene Portfolio integriert. Richard Wenman, Direktor von WENMAN Scientific (USA, Florida), hat gleichzeitig bei QUANTACHROME Instruments die Leitung des POROMETER-Bereichs übernommen. Mit der Übernahme erweitert QUANTACHROME seine Produktpalette auf dem Gebiet der Porenanalyse wesentlich. Die POROMETER der 3G-Serie bieten neue Möglichkeiten für die exakte und umfassende Charakterisierung durchgehender Porensysteme in Filtern, Membranen, Komponenten für Brennstoffzellen, beschichteten Papieren, Textilien, Vlies, Keramik, Sinterwerkstoffen, porösen Kunststoffen und anderen Materialien und Produkten.

**POROMETER 3G-Serie**

Kapillarflow-Porometer sind speziell entwickelte Messgeräte zur Charakterisierung durchgehender Porensysteme in flächenförmigen Materialien, wie Filtern, Membranen, Sintermaterialien u.a. Die **POROMETER 3G-Serie** geht zurück auf die Coulter-Porometer I, II und III, welche seit Beginn der 80er Jahre die Methode der Flüssigkeitsverdrängung revolutioniert hatten. Richard Wenman, schon seinerzeit bei Coulter Entwicklungs- und Applikationsleiter für diese Messmethode, welche die Grundlage der Porometrie darstellt,

bringt mit der POROMETER 3G-Serie auch fast 30 Jahre Erfahrung auf diesem Gebiet mit zu QUANTACHROME. Das POROMETER 3G wurde 2004 entwickelt, 2008 folgte die POROMETER 3G-Serie, im Jahr 2010 nun die Implementierung in QUANTACHROME-Produktion, Vertrieb, Service und in die Test- und Auftragsanalytik sowie Methodenentwicklung des LabSPA (Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse).

Das **POROMETER 3G zh** ist das Analysegerät der POROMETER 3G-Serie mit dem größten Messbereich und setzt auf dem Gebiet der Porometrie neue Maßstäbe, sowohl in der Qualitätskontrolle als auch in F&E. Der akkurat geregelte minimale sowie der maximale Gasdruck von 34 bar (500 psi) ermöglichen die **hochauflösende Charakterisierung von durchgehenden Porengrößenverteilungen von 0,018 - 500 µm**, entsprechend den Normen DIN ISO 4003:1990; DIN 58355-2:2005, ISO 2942:2004, ASTM D6767, E128, F316 u.a.

Weitere Informationen erhalten Sie ab sofort unter [www.quantachrome.de](http://www.quantachrome.de) oder fordern Sie diese bei [info@quantachrome.de](mailto:info@quantachrome.de) an. Erhältlich sind zur POROMETER 3G-Serie bereits die QUANTACHROME-Application Notes:

- Nr. 47 Differentiating Air Filters by Capillary Flow Porometry
- Nr. 48 Accurate Pore Sizing of Track-Etched Membranes by Liquid Expulsion Porometry
- Nr. 49 Measuring Pore Sizes in Walls of Hollow Fiber Membranes by Porometry

## Das neue AUTOSORB-iQ: höchste Flexibilität in der Oberflächen- und Porositätsanalyse

Das **AUTOSORB-iQ** ist ein neu entwickeltes, vollautomatisches, volumetrisches Gasadsorptionsgerät mit wahlweise einer oder zwei Messstationen, beide ausrüstbar mit Niederdrucksensoren zur Analyse von Mikroporen oder sehr kleiner Oberflächen mittels Kryptonadsorption. Das Analysesystem verfügt über eine  $P_0$ -Zelle mit eigenem Drucksensor, ein ölfreies Turbomolekular-Pumpensystem sowie standardmäßig über ein Dewar mit bis zu 90 h Haltezeit für den Flüssigstickstoff.

Von enormer Wichtigkeit für ein Mikroporenmessgerät sind 1 Torr-Drucksensoren auf der Hardware- und die Auswertung mittels Dichtefunktionaltheorie auf der Softwareseite. Ein **AUTOSORB-iQ-MP** bietet diese Voraussetzungen für moderne Porenauswertungen neben einer Vielzahl von traditionellen Möglichkeiten. Die Analysenstation besteht beim AUTOSORB-iQ-MP aus der Messzelle, dem Dosiervolumen (Manifold), der  $P_0$ -Zelle und drei Drucksensoren (1000, 10 und 1 Torr). Das **AUTOSORB-iQ-MP<sub>2</sub>** ist das neue Zwei-stationen-Mikroporenmessgerät und enthält diese Komponenten doppelt, d.h. es ist an jeder Station einzeln mit einem Set an hochpräzisen Drucksensoren (1000, 10 und 1 Torr) ausgestattet. Das AUTOSORB-iQ hat standardmäßig 7 Gasanschlüsse, optional kann die Anzahl verdoppelt werden. Weitere Möglichkeiten zur Geräteerweiterung sind

- Option für das Messen der Adsorption von Dämpfen,
- Chemisorptionsoption an einer Messstation zur Katalysatorcharakterisierung,
- TPR/TPD/TPO-Option zur Untersuchung temperaturprogrammierter Reaktionen,
- Massenspektrometer zur Charakterisierung der Reaktionsprodukte temperaturprogrammierter Reaktionen,
- Kryostatoption für Adsorptionsuntersuchungen zwischen 77 K - 200 K,
- Kalorimeter-Option für spezielle kalorimetrische Paralleluntersuchungen.

Mit der Vielzahl möglicher Erweiterungen ist das AUTOSORB-iQ-MP ein universeller Sorptionsanalysator für Forschung und Wissenschaft.

Die beiden integrierten Vakuum-Probenvorbereitungsstationen verfügen über eine Kühlfalle und einen eigenen Drucksensor, sie ermöglichen softwaregesteuerte Temperaturrampen und Haltezeiten und gestatten automatische, softwaregesteuerte Tests der Beendigung der Probenvorbereitung. Die Probenvorbereitungsstationen nutzen standardmäßig das ölfreie Turbopumpensystem, können optional aber auch mit einem separaten Pumpensystem, wahlweise als Turbo- oder Nicht-Turbo-Variante, ausgestattet werden.

Das AUTOSORB-iQ zeigt zu jedem Zeitpunkt einen Statusbericht. Ein eingebauter Computer mit Datenpuffer ermöglicht es, den angeschlossenen PC nach Start des AUTOSORB-iQ für andere Aufgaben zu verwenden. Das Gerät arbeitet während der Messung vollkommen selbständig.



## ZETA-READER: Zetapotenzial, elektrophoretische Mobilität und Partikeldarstellung verdünnter Dispersionen in Echtzeit



Der **ZETA-READER** ist ein kompakter und einfach bedienbarer Zetapotenzial-Analysator. Verwendet werden eine speziell entwickelte Elektrophorese-Messzelle und eine hochauflösende Digitalkamera für Realzeitmessungen. Messungen können in einem sehr breiten Bereich von Partikelgrößen durchgeführt werden, von 20 nm bis über 400 µm. Optional ist zur Untersuchung der Abhängigkeit des Zetapotenzials vom pH-Wert, von der Salzkonzentration oder von der Konzentration anderer Additive ein Titrator mit einem oder drei Pumpkanälen erhältlich. Die Proben werden direkt aus ihren Behältnissen automatisch in die Messzelle gepumpt. Die Darstellung durch die hochauflösende Digitalkamera ermöglicht die Bestimmung des Zetapotenzials und die Visualisierung sowohl von Einzelpartikeln als auch von Flocken oder anderen Agglomeraten einer Dispersion.

### Spezifikationen des ZETA-READER

| Messprinzip                                 | Elektrophoretische Mobilität (Geschwindigkeit) |
|---|--|
| Zetapotenzial-Bereich                       | -200 mV bis +200 mV                            |
| Elektrophoresezellmaterial                  | PEEK   |
| Einstellbare Zellspannung                   | ja   |
| Spezifische Leitfähigkeit                   | 10 bis 25.000 µS-V/cm                          |
| Partikelgrößenbereich für ZP (bright field) | 1 bis ca. 500 µm                               |
| Partikelgrößenbereich für ZP (dark field)   | > 20 nm  |
| Probentemperaturbereich                     | 2°C – 60°C                                     |
| Messsystem                                  | hochauflösende Farbvideokamera                 |
| Flüssigkeitsmedium                          | wässrig und nichtwässrig                       |
| Probenkonzentrationsbereich                 | ca. 25 – 400 mg/l                              |
| Suspensionsvolumen                          | 25 ml Minimum                                  |
| Kleinprobenmodus                            | 40 µL  |
| Titrator                                    | Peristaltikpumpe, Schrittmotor                 |
| pH-Bereich                                  | 0 – 14   |

Das Zetapotenzial (ZP) und die elektrophoretische Mobilität (EM) werden simultan sowohl in wässrigen als auch in nichtwässrigen Dispersionen gemessen. Die Temperatur der Elektrophoresezelle wird ständig angezeigt und kontrolliert, eine pH-Elektrode gehört zum Lieferumfang. Nanopartikel werden durch ein UV-LED (nahes UV) angeleuchtet und im sogenannten Dunkelfeld-Modus (dark field) sichtbar gemacht. Partikel bis 500 µm werden durch ein weißes LED angeleuchtet und im sogenannten Breitfeld-Modus (bright field) gemessen.

Der ZETA-READER wird mit eigenem PC-basierenden Steuermodul und Software ausgeliefert. Der Kontrollbildschirm enthält alle für schnelle Zetapotenzialmessungen notwendigen Anzeigen:

- Videobild der Probe und Zetapotenzial in Realzeit,
- elektrophoretische Mobilität und spezifische Leitfähigkeit in Realzeit,
- Messzellentemperatur in Realzeit und Messzellenspannung einstellbar,
- Breiten- und Kontrastmodul, Bildvergrößerung, Fotospeicherung,
- Titratorkontrolle und Messwerterfassung.

Der ZETA-READER komplettiert die Messtechnik zur Zetapotenzialbestimmung bei QUANTACHROME einschließlich der Auftragsmessung im LabSPA (Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse):

1. **ZETA-READER** zur Bestimmung des Zetapotenzials in verdünnten Dispersionen mit Partikeldarstellung sowie
2. **DT-300, DT-310 und DT-1201** zur Bestimmung des Zetapotenzials in unverdünnten, konzentrierten Dispersionen.

## **AQUADYNE DVS:** **dynamische, gravimetrische Wasser-** **dampfadsorption an zwei Messstationen**



### **Anwendungsbereiche**

#### **Löslichkeit:**

Einige Salze haben die Eigenschaft sich im adsorbierten Wasser aufzulösen.

#### **Gleichgewichts-Feuchtegehalt:**

Quantitative Messung der von der Probe aufgenommenen Wassermenge bei gegebenen Umgebungsbedingungen wie relative Luftfeuchte und Temperatur (z.B. können sich einige organische Materialien durch Luftfeuchtigkeit verformen).

#### **Hysteresis/Reproduzierbarkeit:**

Adsorption und Desorption unterscheiden sich meist durch die sogenannte Hysteresis - durch Wiederholungsmessungen kann der Anteil des auf der Probe verbleibenden Wassers ermittelt werden.

#### **Hydrophobie/-philie:**

Die Form der Adsorptionsisotherme zeigt die Affinität zwischen Wasser und der Probenoberfläche, z.B. durch das Vorhandensein polarer Gruppen oder chemischer Wechselwirkung (Wasserstoffbrücken).

#### **Mikroporencharakterisierung:**

Sehr hydrophober Materialien (z.B. Aktivkohlen).

#### **Kristallisation:**

Manche amorphe Materialien neigen zur Kristallisation in Abhängigkeit des Wassergehalts, z.B. durch eine Verschiebung der Glasübergangstemperatur  $T_G$ .

#### **Probenform:**

Die Sorptionskinetik kann stark von der physikalischen Form des Materials abhängen - Pulver, Granulat, Pellet, Tablette, Monolith etc.

Das AQUADYNE DVS mit seiner Parallelanordnung von zwei hochsensitiven Wägeköpfen steht in unserem LabSPA (Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse) für Test- und Auftragsmessungen sowie Methodenentwicklungen im Bereich der umfassenden Charakterisierung von Pulvern und Feststoffen zur Verfügung.

Das **AQUADYNE DVS** ist ein vollautomatisches, gravimetrisches, dynamisches Wasseradsorptionsmessgerät, welches sich durch eine ultrasensitive elektronische Mikrowaage mit zwei Wägeköpfen (Auflösung jeweils 0,1 µg) auszeichnet. Das AQUADYNE DVS misst hochgenaue Ad- und Desorptionsisothermen von Wasserdampf im Gleichgewicht, einschließlich der Sorptionskinetik. Das Gewicht von einer oder zwei Proben wird kontinuierlich aufgezeichnet, wobei die relative Luftfeuchte automatisch variiert wird. Das Zwei-Waagen-Design ermöglicht einen erhöhten Probendurchsatz, da zwei unterschiedliche Proben simultan vermessen werden können. Auch ein Referenzmaterial kann parallel zur Probe untersucht oder beide Wägeköpfe können für einen erweiterten Messbereich zusammengeschaltet werden. Die unabhängig von der Probenkammer kontrollierbare Temperatur der Wägekopfumgebung ermöglicht eine exzellente Messstabilität. Ein kleines Probenkammerdesign gestattet sehr schnelle Änderungen der relativen Feuchte im Probenraum.

### **Messmöglichkeiten des AQUADYNE DVS**

#### **Isotherme:**

Messung der Gewichtsänderung einer Probe als Funktion der relativen Luftfeuchte (RH), Erfassung der Massenänderung während der Adsorption und Desorption

#### **Kinetik:**

Zeitabhängige Ad- und Desorptionsstudien

#### **Temperaturabhängigkeit:**

Messung der Sorptionsisotherme und Sorptionskinetik als Funktion der Temperatur, z.B. um Adsorptionenthalpien zu berechnen.

# Untersuchung der Wirkungsweise gängiger Zementfließmittel durch akustische Spektrometrie und Elektroakustik

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

## Einleitung

### Zementleime aus kolloidchemischer Sicht

Zement stellt ein komplexes Gemisch aus mehreren Bestandteilen dar: Hauptbestandteil ist der sog. „Klinker“, der je nach Zementtyp, mit weiteren Zusatzstoffen wie Anhydrit, Hüttensand, Flugasche oder Kalkstein vermahlen wird. Klinker, dessen Hauptbestandteile  $\text{CaO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sind, besitzt eine mosaikähnliche Struktur mit verschiedenen, für die Zementeigenschaften charakteristischen Phasen, nämlich hauptsächlich

1. Tricalciumsilikat (C3S) -  $3 \text{CaO} \times \text{SiO}_2$
2. Dicalciumsilikat (C2S) -  $2 \text{CaO} \times \text{SiO}_2$
3. Tricalciumaluminat (C2A) -  $3 \text{CaO} \times \text{Al}_2\text{O}_3$
4. Tetracalciumaluminatferrit (C4AF) -  $3 \text{CaO} \times \text{Al}_2\text{O}_3 \times \text{Fe}_2\text{O}_3$
5. Freies Calciumcarbonat -  $\text{CaO}$

Kurz nach Wasserkontakt gehen Calciumsulfat und Alkalisulfatanteile (aus der Anhydritbeimischung) fast vollständig in Lösung. Diese bilden zusammen mit C2A (Tricalciumaluminat) sog. Ettringitkristalle auf den Klinkerteilchen. Darüber hinaus entstehen kolloidale Calciumsilikathydrate (CSH) auf den Klinkern, die die erste Hydrationsperiode (einige min) beenden. Schematisch ist diese frühe Hydratation eines Klinkerteilchens in Abbildung 1 dargestellt. Dabei entsteht noch kein festes Gefüge. Nach 1 – 3 Stunden setzt die CSH-Bildung wieder ein (2. Hydrationsphase), gefolgt wiederum von einer „Ruheperiode“. Die Dispersion wird steifer. Nach ca. 4 Stunden setzt die „Beschleunigungsperiode“ ein, die dann nach 12 – 24 Stunden zur Kompletterstarrung des Zementes führt.

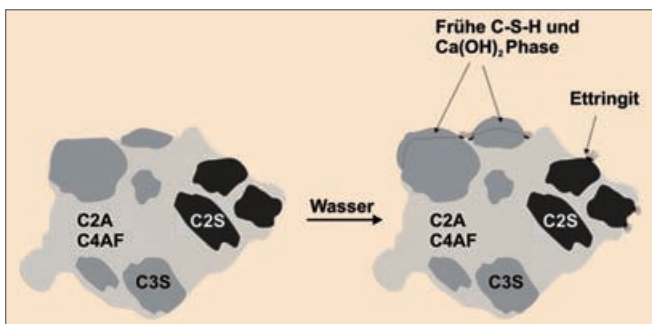


Abbildung 1: Frühe Hydratation eines Klinkerteilchens

In der ersten Hydrationsperiode besitzt das Klinkerteilchen also eine komplexe „Mosaikstruktur“ ganz unterschiedlicher Oberflächengruppen (Abbildung 3). Diese sind zum einen bestimmt durch die vorhandenen reinen Klinkerphasen  $\text{CaO}$ , C3S, C2S, C3A, C2A und C2(a,F) und der entstehenden Phasen wie Calciumsilikathydrat (CSH), Ettringit ( $[\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{OH})_{12}(\text{SO}_4)_3 \cdot 26\text{H}_2\text{O} = \text{AFt}]$ ), Monosulfat ( $[\text{Ca}_4\text{Al}_2(\text{OH})_{12}(\text{SO}_4) \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \text{AFm}]$ ), Syngenit ( $[\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot \text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ ), Portlandit ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) und Gips ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) [1]. Die Oberflächengruppen können demnach ganz unterschiedlicher Art sein (Si-Gruppen, Ca-Gruppen, Al-Gruppen, etc.).

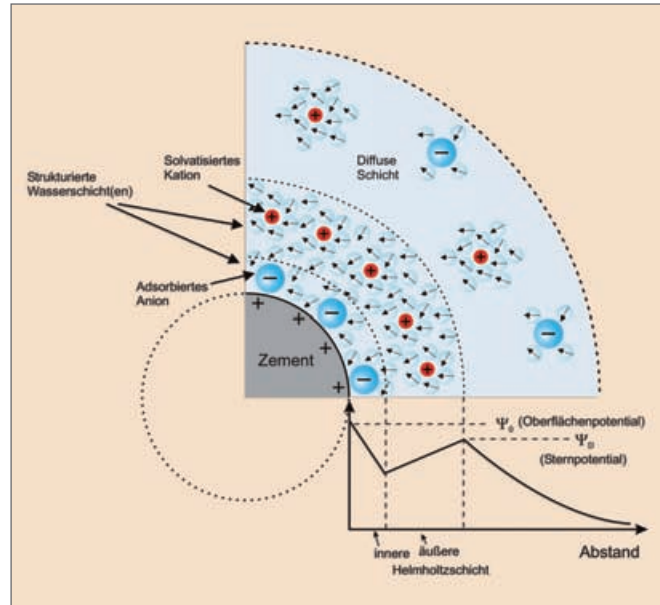


Abbildung 2: Elektrische Doppelschicht und Potenzialverlauf eines Klinkerteilchens (positive Ausgangsladung)

Elektrochemisch betrachtet bildet sich bei Kontakt der Klinkerteilchen mit Wasser zunächst eine Oberflächenladung der einzelnen Phasen aus. Diese hängt dabei von ihrer chemischen Natur der Phase und vom umgebenden Medium (Porenwasser) ab. Da die Gruppen im Allgemeinen hydrophil sind, bildet sich eine fest adsorbierte Schicht, bestehend aus Wassermolekülen und eingelagerten Anionen, um das Teilchen. Des Weiteren kommt es zur Entstehung einer diffusen Schicht, bestehend aus solvatisierten Ionen, die nicht fest an das Klinkerteilchen gebunden ist: elektrische Doppelschicht. Die fest gebundenen Hydratschichten verhindern einen durch die hohe Ionenkonzentration im Porenwasser normalerweise bedingten Zusammenbruch der Doppelschicht. Das am besten geeignete Modell zur Beschreibung des Schichtenaufbaus und Potenzialverlauf von Klinkern geht auf Bockris zurück [2] und ist in Abbildung 2, für den Fall „positive Oberflächenladung“, schematisch dargestellt.

## Gängige Zementfließmittel und deren Wirkungsweise

Fließmittel (FM) und Betonverflüssiger (BV) haben primär die Aufgabe, Konsistenz und Verarbeitbarkeit der Betondispersion zu beeinflussen. Darüber hinaus können sich in diesem Zusammenhang auch die Eigenschaften des ausgehärteten Materials verändern. Des Weiteren unterscheidet man in der Zementbranche „grenzflächenaktive Stoffe“ und „dispergierende Stoffe“. Die grenzflächenaktiven Mittel setzen die Oberflächenspannung des Wassers herab und verbessern dadurch die Benetzung der Kolloide. Die dispergierenden Stoffe besitzen durch ihre Molekülstruktur die Fähigkeit, elektrosterisch zu wirken, d.h. sie adsorbieren an der Teil-

chenoberfläche und verhindern durch organische Ketten (sterisch) und darauf befindliche Ladungen (elektroastatisch) Agglomeration der Teilchen.

Die Wirkungsweise von Fließmitteln ist, neben ihrer molekularen Struktur und Ladung, generell stark abhängig vom Ladungszustand der Kolloidoberfläche und der Beschaffenheit des Mediums: Insbesondere das Verhältnis Ladung/Oberfläche zu Ladung/Fließmittelmolekül bestimmt die Adsorption auf der Oberfläche. Einen Überblick der möglichen Adsorptionsmechanismen gibt Abbildung 3 [3]: Im Fall 1 besitzen Polymer und Oberfläche unterschiedliche Ladung – die Adsorption scheint durch die attraktiven Anziehungskräfte bedingt. Die Gegenionen des Dispersionsmittels konkurrieren jedoch dazu. Triebkraft für eine Adsorption der Polymere ist eine Erhöhung der Entropie (Verringerung der freien Energie) durch Erhöhung der Gegenionen im Dispersionsmittel, wenn das Polymer anstelle dessen adsorbiert wird (Fall a). Die Zugabe von Ionen verringert die Adsorption, da der Entropiegewinn dann durch die Erhöhung der Ionenkonzentration infolge von der Oberfläche in Lösung gehende Ionen vernachlässigbar ist. Darüber hinaus können die zugegebenen Ionen mit dem Polymer um die Adsorptionsplätze an der Oberfläche konkurrieren (Fall b).

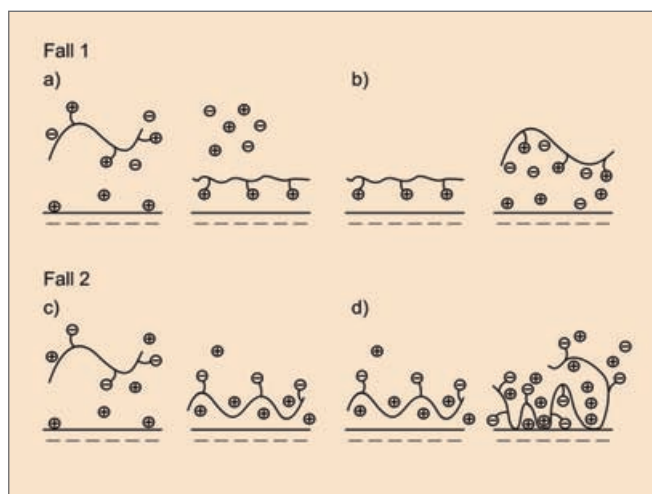


Abbildung 3: mögliche Adsorptionsmechanismen von PC an unterschiedlich geladenen Oberflächen [3]

Bei gleichem Ladungsvorzeichen von Polymer und Oberfläche (Fall 2) ist die Adsorption auf van-der-Waals-Kräfte zurückzuführen (Fall c). Die Zugabe von Ionen erhöht hier die Adsorption des Polymers. Bei geringer Ionenkonzentration befindet sich aufgrund des erforderlichen Ladungsausgleiches ein großer Teil der Ionen an der Oberfläche – es entsteht eine Grundordnung und daher Verringerung der Entropie. Gibt man Ionen hinzu, so wird dieser Effekt minimiert und Polymer im höheren Maße adsorbiert. Darüber hinaus können die Ionen auch als „Abschirmung“ der abstoßenden Kräfte von Oberfläche und Polymer fungieren.

Die Wirkungsweise von Fließmitteln bzw. Betonverflüssigern bei Zementdispersionen ist immer noch nicht vollständig geklärt und steht daher im Fokus vieler Forschungsaktivitäten. Grund dafür ist vor allem die komplexe Zusammensetzung der Zementoberfläche bzw. der möglichen Hydratationspha-

sen. Eine vielversprechende Möglichkeit zur Aufklärung des Adsorptions- und Stabilisierungsmechanismus sind Zetapotenzialmessungen zum einen an isolierten Zementphasen, zum anderen an realen Zement-Wassermischungen [1-2] [4-6]. Dieser Beitrag gibt einen aktuellen Überblick über Möglichkeiten der Zetapotenzialmessung mittels Elektroakustik und der Dämpfungsmessung mit akustischer Hochfrequenzspektrometrie, Informationen über Additivwirkung bei Zementen zu gewinnen.

## Methodik – theoretischer Hintergrund und Analysegeräte

### Elektroakustisches Gerät DT-300 (Methode auch im DT-310 und DT-1201)

Das Zetapotenzialmessgerät DT-300 kann durch die Verwendung akustischer Wellen zur Charakterisierung verdünnter und konzentrierter Dispersionen verwendet werden (Konzentrationsbereich ca. 0,1 – 50 Vol-%). Das Messprinzip zeigt Abbildung 4: Ein hochfrequentes Signal (RF-Puls) wird über einen Piezoumwandler in eine Ultraschallwelle (US) gewandelt. Über einen Einschwingquarz und Pufferstab wird diese in Form eines sehr eng frequenten, kurzen Schallpulses in die Dispersion eingekoppelt. Die in der Dispersion befindlichen kolloidalen Teilchen werden aufgrund ihrer Trägheit bzgl. des Dispersionsmittels eine frequente Relativbewegung ausführen. Dadurch verschieben sich die Teilchen relativ zu ihrer diffusen Doppelschicht, es entstehen kurzzeitig Dipole, die einen messbaren Wechselstrom erzeugen, den kolloidalen Vibrationsstrom CVI. Dieser wird als Potentialdifferenz zwischen zwei Elektroden gemessen und zur Charakterisierung der Probe hinsichtlich kolloidaler Eigenschaften herangezogen. Beschrieben wird der CVI durch die Parameter „Amplitude“ und „Phasenverschiebung  $\theta$ “.

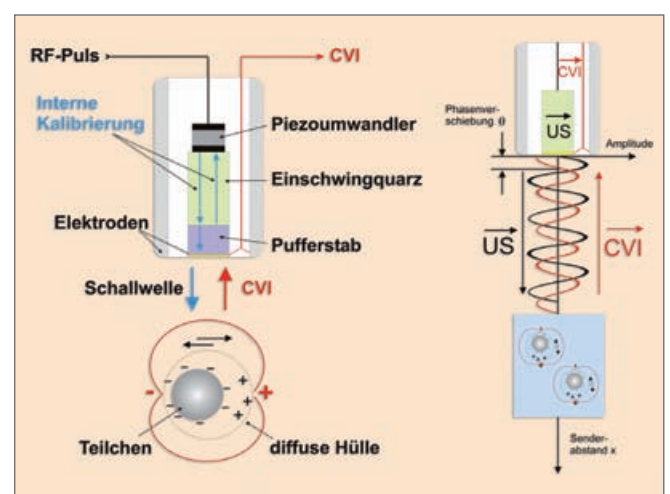


Abbildung 4: Graphische Darstellung der Funktionsweise der DT-300-Messsonde



Nach [7] ergibt sich folgender theoretischer Zusammenhang zwischen der sog. frequenzabhängigen dynamischen Mobilität  $\mu(\omega)$  und dem kolloidalen Vibrationsstrom CVI:

$$CVI = A(\omega)F(Z_{T,S})\phi \frac{\rho_p - \rho_s}{\rho_s} \mu(\omega) \quad (1)$$

Das Zetapotenzial lässt sich dann aus der dynamischen Mobilität bestimmen über:

$$\mu(\omega) = \frac{\epsilon \zeta}{\eta} G(\omega) \quad (2)$$

$A(\omega)$  ist dabei eine Gerätekonstante,  $F$  eine Funktion der akustischen Impedanz des Schallwandlers,  $\phi$  der Feststoffgehalt,  $\rho_p$  und  $\rho_s$  sind die Dichten von Partikel und Medium,  $\epsilon$  ist die Permittivität,  $\eta$  die Mikroviskosität des Mediums und  $G(\omega)$  ein Term, der den Einfluss der Partikelgröße bzw. Masse-trägheit auf die dynamische Mobilität widerspiegelt. Ab einem Teilchendurchmesser von ca. 300 nm muss, zur genauen Bestimmung des Zetapotenzials aus dem CVI, die Partikelgröße bekannt sein, um den Effekt der Trägheit rechnerisch zu kompensieren. Im Fall von Zement-Wasser-Dispersionen muss darüber hinaus berücksichtigt werden, dass durch den hohen Ionengehalt im Überstandswasser das gemessene elektroakustische Signal (TVI) beeinflusst wird: es setzt sich zusammen aus dem Beitrag der Kolloide (CVI) und der Ionen (IVI)

$$\overline{TVI} = \overline{CVI} + \overline{IVI} \quad (3)$$

Der IVI wird beim DT-300 über eine Messung des reinen Überstandswassers als Hintergrund (Background) gespeichert und vektoriell vom gemessenen Gesamtsignal (TVI) abgezogen, um das Zetapotenzial der Zementartikel zu bestimmen (Methode des elektroakustischen Backgrounds).

### Akustisches Hochfrequenzspektrometer DT-100 (Methode auch im DT-1201)

Die Funktionsweise des Spektrometers DT-100 zur Messung akustischer Dämpfungsspektren zeigt Abbildung 5.

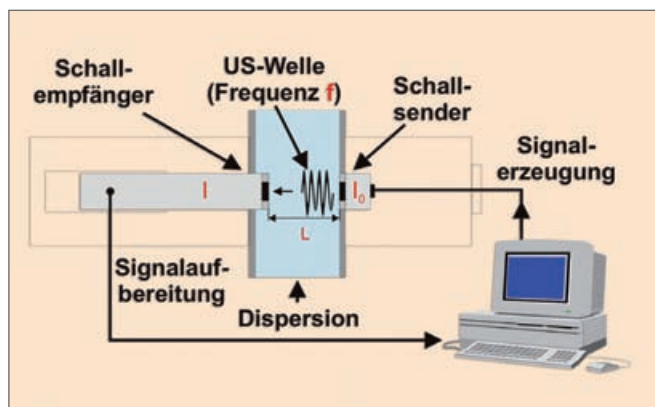


Abbildung 5: Funktionsweise des Ultraschallspektrometers DT-100 (Transmissionsmethode)

Es arbeitet nach der dargestellten Transmissionsmethode: Dabei wird, induziert über einen Schallwandler, eine Ultraschallwelle in die zu vermessende Dispersion eingekoppelt. Beim Durchgang durch diese wird die Ultraschallwelle durch verschiedene Effekte gedämpft, das abgeschwächte Signal wird vom Schallempfänger aufgenommen und zur Signalaufbereitung bzw. Auswertung zum Rechner gesendet. Die gemessene akustische Dämpfung  $\alpha$  ist neben den Effekten in der Dispersion ( $I_0$  zu  $I$ ) auch abhängig vom Abstand  $L$  des Senders zum Detektor sowie der Frequenz  $f$ :

$$\alpha(\text{dB/cm/MHz}) = \frac{10}{fL} \log\left(\frac{I_0}{I}\right) \quad (4)$$

Der Abstand zwischen Sender und Detektor ist beim DT-100 variabel. Während einer Messung wird ein Frequenzspektrum von 1 – 100 MHz bei verschiedenen Abständen aufgenommen. Aus dieser Matrix von Signalen wird ein zweidimensionales Dämpfung-Frequenz-Spektrum ermittelt. Die variable Abstandsweite ermöglicht die reproduzierbare Erfassung von Probenspektren innerhalb eines breiten Konzentrationsbereiches (0,1 – 50 Vol-% Anteil disperser Phase) [8]. Die gemessenen Dämpfungsspektren können u. a. zur Partikelgrößenanalyse der dispersen Phase(n) herangezogen werden. Dazu müssen die zur Dämpfung führenden Effekte aufgeschlüsselt und modellmäßig korrekt beschrieben werden.

Bei Zement-Wasser-Dispersionen setzt sich das Spektrum maßgeblich aus der intrinsischen Dämpfung des Wassers, der viskosen Reibung zwischen Zementanteilen und dem Wasser sowie der akustischen Streuung an Zementteilen zusammen. Der Anteil des Wassers wird durch eine in der Datenbank gespeicherte vorab gemessene Backgroundmessung abgezogen. Der viskose Effekt ist hydrodynamischer Natur und wird verursacht durch eine Relativbewegung zwischen Teilchen und umgebenden Medium bei Durchgang der oszillierenden Schallwelle durch die Fest-Flüssig-Grenzfläche. Verursacht wird dies durch den Dichteunterschied zwischen den beiden Phasen. Der Energieverlust setzt sich dann zusammen aus viskosem Widerstand der Flüssigkeit und Behinderung der Schwerwellenausbreitung durch die Relativbewegung. Bei Teilchen größer ca. 100 nm kommt zunehmend die Teilchenträgheit als Energie zehrender Effekt hinzu.

Der zweite für Zemente relevante Dämpfungseffekt ist die Streuung der akustischen Wellen. Der Effekt ist vergleichbar der Streuung optischer Wellen: er ist abhängig von Frequenz und Teilchengröße und für das Langwellenregime gilt [10]:

$$\alpha_{\text{scat}} = \frac{f^4 a^3}{V_f} \quad (5)$$

Im Frequenzbereich des akustischen Spektrometers DT-100 (1 – 100 MHz) spielt die Streuung ab einem Teilchenradius von ca. 3  $\mu\text{m}$  eine Rolle.

## Ergebnisse und Diskussion

### 1. Polycarboxylate (PC)

Polycarboxylate werden im Zementadditivbereich meist als Natriumsalze eingesetzt und zerfallen bei Lösen in Wasser in das Kation ( $\text{Na}^+$ ) und das Polymeranion. Die Anzahl der negativen Ladungen auf dem Molekül wird bestimmt durch Anzahl der p- und q-Gruppen. Neben der Ladungszahl spielt bei der Adsorption an die Oberfläche molekülseitig auch die Seitenkettenlänge eine wichtige Rolle, welche durch Variation der n-Gruppen gesteuert wird.

#### Untersuchung der adsorbierten Menge an Polycarboxylat (PC) und Zetapotenzialmessungen an reinen Zementhydratationsphasen

Wie weiter oben beschrieben ist, unabhängig von den Ladungsverhältnissen Oberfläche-Polymer, eine Adsorption immer möglich. Man kann bei dem (anionischen) PC allerdings davon ausgehen, dass eine positive Oberflächenladung eine Adsorption des Polymers deutlich begünstigt. In [1] wurden synthetisch, isoliert die Zementhydratationsphasen Ettringit, Monosulfat, Syngenit und Portlandit hergestellt und in einem Simulationsprozess die Adsorption von Polycarboxylaten unterschiedlicher Ladungsdichten untersucht. Tabelle 1 zeigt die chemischen Eigenschaften der Polycarboxylate.

Tabelle 2 gibt das Zetapotenzial (gemessen mit dem DT-1200) sowie die BET-Oberfläche der hergestellten Hydratationsphasen und die adsorbierte Menge verschiedener Polycarboxylate an den unterschiedlichen Zementhydratationsphasen wieder [1]. Offensichtlich adsorbiert PC nur an den Phasen mit positivem Zetapotenzial moderaten Betrags, also

(vermutlich) positiver Oberflächenladung. An Phasen mit sehr geringem positivem oder gar negativem Potenzial erfolgt keine Adsorption. Ettringit adsorbiert bei etwa gleicher BET-Oberfläche besser als Monosulfat. Des Weiteren steigt die PC-Adsorption mit zunehmender Ladungsdichte des Anions an ( $a > b > c$ ). Das oben beschriebene Adsorptionsverhalten der PCs gibt wichtige Hinweise auf den Einsatz (Typ, Dosierung) solcher Additive für Zemente unterschiedlicher Zusammensetzung.

Studien an reinen Klinkerphasen (C3S, C2S, C3A, C2(A,F)) zeigten eine deutlich höhere Adsorption von PCs an Aluminat- und Ferritphasen, als an Silikatphasen. Bei C-S-H-Phasen ist eine Adsorption auch möglich, obwohl ihr Zetapotenzial zunächst negativ ist. Durch Adsorption von  $\text{Ca}^{2+}$ -Ionen kann jedoch auch hier die Adsorption von PC erfolgen.

#### Zetapotenzialmessungen an kommerziellen Zement-Wasser-Gemischen mit Polycarboxylaten als Additiv

Die Oberfläche der verschiedenen Phasen in einem Zement-Wasser-Gemisch kann, wie oben beschrieben, unterschiedliche Ladungen (in Betrag und Vorzeichen) ausbilden. Die Doppelschicht eines betrachteten Partikels kann dementsprechend sehr verschieden zusammengesetzt sein.

Bei negativ geladenen Oberflächen werden aus dem Porenwasser im Allgemeinen negativ geladene Anionen (z.B. Sulfat) durch starke, kurzreichende van-der-Waals-Kräfte gebunden. Diese sind aufgrund ihrer dünnen Hydrathülle in der Lage, nahe genug an die Oberfläche heranzukommen. Kleine Kationen besitzen dagegen eine zu dichte Hydrathülle – eine Anlagerung an positiv geladene Oberflächen durch van-der-Waals-Kräfte ist hier nicht möglich.

Tabelle 1: Eigenschaften der Polycarboxylate [1]

| Bezeichnung | $M_w$ (Da) | $M_n$ (Da) | Polydispersitätsindex $M_w/M_n$ | Anionische Ladungsdichte $10^{-6}$ Eq/g | Zugabemenge (Gew-%) |
|-------------|------------|------------|---------------------------------|---|---------------------|
| PC-a        | 74400      | 39100      | 1,90                            | 1340                                    | 0,04                |
| PC-b        | 81500      | 42800      | 1,90                            | 980                                     | 0,10                |
| PC-c        | 74500      | 47300      | 1,58                            | 430                                     | 0,19                |

Tabelle 2: Adsorbierte Menge verschiedener Polycarboxylate (PC) auf den verschiedenen Zementhydratationsphasen [1]

| Hydratationsphase | BET ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) | Zetapotenzial (mV) | PC-a                       |    | PC-b                       |    | PC-c                       |    |
|-------------------|-------------------------------|--------------------|----------------------------|----|----------------------------|----|----------------------------|----|
|                   |                               |                    | ( $\text{mg}/\text{m}^2$ ) | %  | ( $\text{mg}/\text{m}^2$ ) | %  | ( $\text{mg}/\text{m}^2$ ) | %  |
| Ettringit         | 5,4                           | + 4,15             | 5,19                       | 45 | 5,00                       | 26 | 3,15                       | 15 |
| Monosulfat        | 5,3                           | + 2,84             | 2,08                       | 29 | 2,64                       | 13 | 2,26                       | 6  |
| Syngenit          | 4,7                           | + 0,49             | 0,01                       | 14 | 0,03                       | 12 | 0,03                       | 7  |
| Portlandit        | n.d.                          | - 4,40             | -                          | -  | -                          | -  | -                          | -  |
| Gips              | n.d.                          | - 0,06             | -                          | -  | -                          | -  | -                          | -  |

Für die Adsorption von Polycarboxylatanionen ist vermutlich ein positives Zetapotenzial, bzw. wenn man von einer möglichen Umladung absieht, eine positive Oberflächenladung förderlich. Geht man bei der Zetapotenzialmessung an einem Zement-Wasser-Gemisch von einem „Zetapotenzial-Mischwert“ verschiedener Phasen aus, so wäre dementsprechend ein möglichst positiver Wert für eine Polycarboxylatadsorption erstrebenswert. Der zeitliche Zetapotenzialverlauf eines Standardzementleims (CEM I 42.5) findet sich exemplarisch in Abbildung 6. Ausgehend von dem deutlich negativen Wert kurz nach Anmischen (0 min) wäre eine Interpretation der Verhältnisse in diesem System, dass sich mit zunehmender Zeit anteilmäßig mehr Ettringit und Monosulfat bilden, daher das Zetapotenzial Richtung Null wandert.

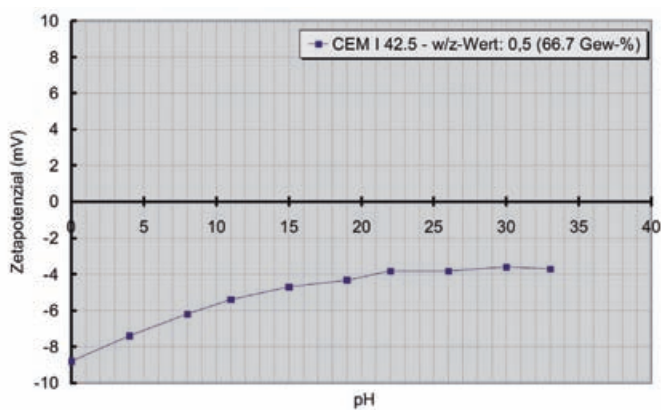


Abbildung 6: Zeitlicher Zetapotenzialverlauf eines Standardzement-Wasser-Gemisches – gemessen mit dem DT-1200

Detaillierte Untersuchungen zum Einfluss von Polycarboxylaten auf das Zetapotenzial von Zementleimen finden sich z.B. in [2]. Dabei wurden CEM I 32,5 Zementdispersionen mit einem w/z-Wert von 0,5 verwendet. Polycarboxylate wurden synthetisch durch radikalische Polymerisation von Methacrylsäure/ Methacrylsäure- $\omega$ -methoxy-polyethylenglyol-Mischungen hergestellt, wobei zum einen die Seitenkettenlänge  $n$  (zwischen  $n = 5 - 11$ ), zum anderen die anionische Ladungsmenge (zwischen 19 und 601 C/g) variiert wurde. Die Polycarboxylate wurden jeweils bis maximal 0,6 M-%dwb (Einwaage Zement) zutitriert und das Zetapotenzial mit dem DT-1200 bestimmt. Abbildung 7 zeigt exemplarisch eine Versuchsreihe, bei der Polycarboxylate des Mischungsverhältnis Methacrylsäure/Ester 3:1 verwendet wurden.

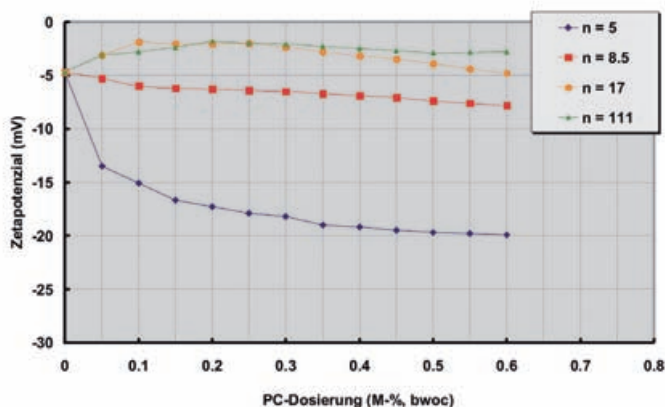


Abbildung 7: [2] Zetapotenzialverlauf eines CEM I 32,5 Zementleims (w/z = 0,5) in Abhängigkeit von der Polycarboxylatmenge und Seitenkettenlänge  $n$  – gemessen mit dem DT-1200

Für diesen Fall zeigte sich, dass nur sehr kurz-kettige PCs ( $n \leq 10$ ) zu einer betragsmäßigen Erhöhung des negativen Anfangswertes führen. Alle anderen verschieben das Zetapotenzial zunächst gegen Null und bewirken sogar, je nach Menge und Ladungszahl, eine Umladung zu positiven Vorzeichen. Auch scheint eine höhere (negative) Ladung des Polymers bei Vorzeichenwechsel den Betrag des Zetapotenzials abzusenken, ohne Vorzeichenwechsel jedoch zu erhöhen.

Solche Untersuchungen erlauben offensichtlich eine Abschätzung des Wirkmechanismus des Additivs (elektrostatistisch-sterisch). Darüber hinaus kann, bei bekannter anionischer Ladungsdichte, die molare Zusammensetzung des Polymers grob gedeutet werden.

Ein mögliches elektrochemisches Modell der Verhältnisse im System Zement-Polycarboxylat-Wasser zeigt Abbildung 8: Das Polycarboxylat adsorbiert nur auf Phasen mit positivem Zetapotenzial. Der Effekt der betragsmäßigen Abnahme des Zetapotenzials bei längeren Ketten lässt sich durch eine Verschiebung der Scherebene zu größeren Distanzen zur Oberfläche erklären [2].

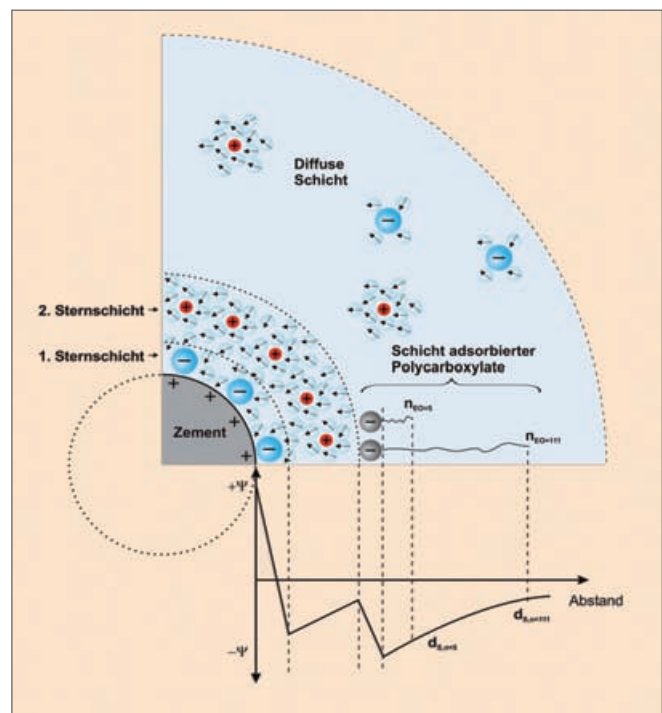


Abbildung 8: Modell der Verhältnisse der Adsorption von Polycarboxylat an einer Oberfläche mit positivem Oberflächenpotenzial

Eine Umladung lässt sich jedoch so nicht deuten. Eine Erklärung dafür wäre z.B. ein Ladungsaustauschprozess bei der Adsorption in der 1. Sternschicht. Die Polymere werden in Loops an die Oberfläche angelagert, spezifisch adsorbierte Ionen werden verdrängt – die negative Gesamtnettoladung in der 1. Sternschicht nimmt ab und resultiert in einem Vorzeichenwechsel im Gesamtsystem. Zusammenfassend lässt sich auch sagen, dass die Viskosität in allen Fällen, bei dem Polycarboxylat zum Einsatz kommt, geringer ist, als beim reinen Zement-Wasser-Gemisch. Dementsprechend muss der dominierende stabilisierende Mechanismus sterisch sein.

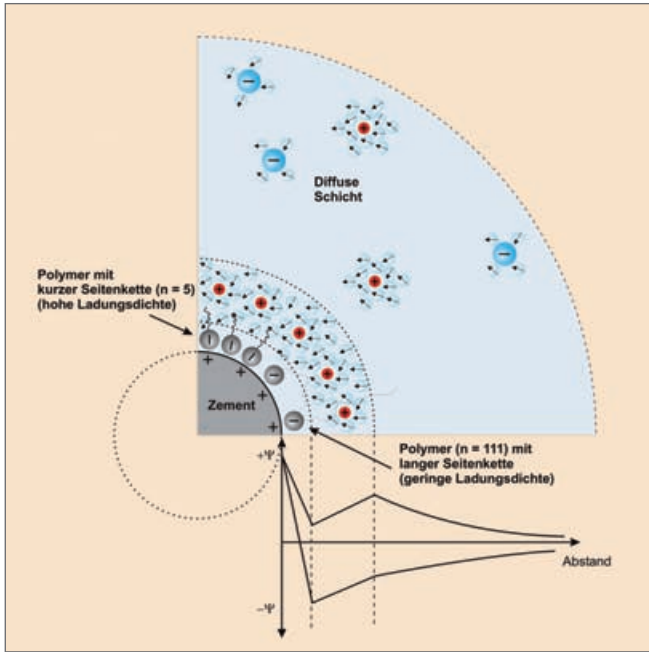


Abbildung 9: Modell für Umladung des Zetapotenzials bei Polycarboxylaten auf Zementen

### Akustische Dämpfungsspektrometrie

Die zeitliche Veränderung akustischer Dämpfungsspektren kann zur Untersuchung des Einflusses von Additiven auf das Hydratationsverhalten von Zementen im frühen Stadium verwendet werden. Abbildung 10 und 11 zeigen exemplarisch die Verzögerungswirkung eines Polycarboxylates (Melflux 2453, Evonik) in einer 20 Gew-%igen Zement-Wasser-Suspension (CEM I 42.5).

Abbildung 10 zeigt bei dem reinen Zementleim nach ca. 4-5 Stunden einen signifikanten Anstieg der akustischen Dämpfung bei höheren Frequenzen, bei gleicher Probe mit Polycarboxylatzusatz wird hingegen kaum eine Veränderung im gleichen Zeitraum beobachtet (Abbildung 11). Bei Zementen setzt sich das Dämpfungsspektrum höchstwahrscheinlich aus der viskosen Reibung der feinen Anteile im oberen Frequenzbereich (> 20 MHz) und der Streuung der größeren Klinker im unteren Frequenzbereich zusammen. Das Additiv scheint also überwiegend das Reaktionsvermögen der feinen Anteile zu unterbinden. Detaillierte Untersuchungen dazu finden sich in [10].

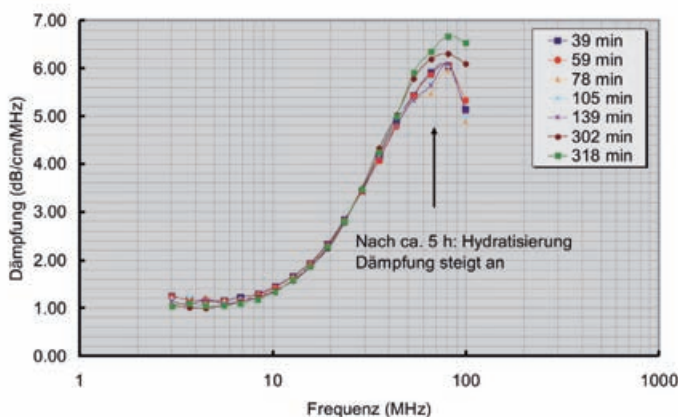


Abbildung 10: Messung des akustischen Dämpfungsspektrums vs. Zeit einer 20 Gew-%igen CEM I 42.5 R-Dispersion (kein Additiv)

## 2. Naphthalinsulfonat (NS)

Ebenso wie Polycarboxylate werden Naphthalinsulfonate oft als Natriumsalze eingesetzt und fungieren durch Lösen in Wasser als anionisches Additiv.

### Untersuchung der adsorbierten Menge an Naphthalinsulfonat und Zetapotenzialmessungen an reinen Zementhydratationsphasen

Die Adsorption von Beta-Naphthalinsulfonat-Formaldehyd (BNS) wurde im Rahmen der Untersuchungen aus [1] ebenfalls an den reinen Zementhydratationsphasen untersucht. Das verwendete BNS besaß ein Molekulargewicht  $M_w$  von 118800 Da und eine anionische Ladungsdichte von  $3780 \cdot 10^{-6}$  Eq/g. Zugegeben wurden 0,25 Gew-%. Die Ergebnisse zu diesen Versuchen sind in Tabelle 3 zusammengefasst.

Beta-Naphthalinsulfonat-Formaldehyd (BNS) mit zusätzlicher  $CH_3$ -Gruppe am oberen Aromatenring zeigt ähnliche Adsorptionseigenschaften an den unterschiedlichen Zementphasen wie Polycarboxylat. Auch BNS adsorbiert nur an Phasen mit positivem und betragsmäßig höherem Zetapotenzial, also Ettringit und Monosulfat. Zu beachten ist, dass die anionische Ladungsdichte dieses Moleküls deutlich höher als die der Polycarboxylate ist.

Tabelle 3: Adsorbierte Menge von Beta-Naphthalinsulfonat-Formaldehyd (BNS) auf den verschiedenen Zementhydratationsphasen [1]

| Hydratationsphase                           | BET (m <sup>2</sup> /g) | Zetapotenzial (mV) | BNS (m <sup>2</sup> /g) |
|---|-------------------------|--------------------|-------------------------|
| Ettringit                                   | 5,4                     | + 4,15             | 20,93                   |
| Monosulfat                                  | 5,3                     | + 2,84             | 5,09                    |
| Syngenit                                    | 4,7                     | + 0,49             | 0,04                    |
| Portlandit                                  | n.d.                    | - 4,40             | -                       |
| Gips  | n.d.                    | - 0,06             | -                       |
| Molare Masse Polymer [Da]: 118800           |                         |                    |                         |
| Anionische Ladungsdichte [ $10^{-6}$ Eq/g]: |                         |                    | 3780                    |

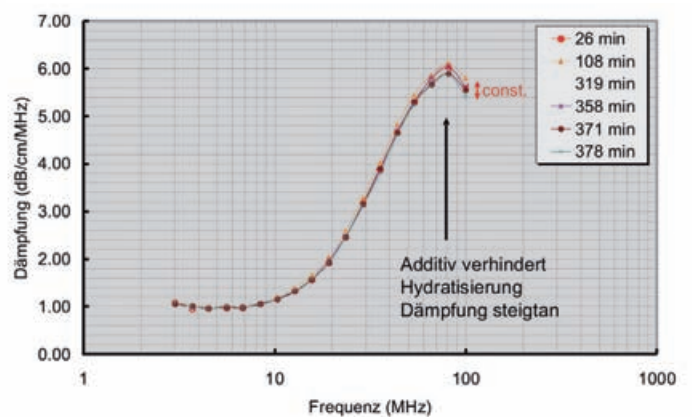


Abbildung 11: Messung des akustischen Dämpfungsspektrums vs. Zeit einer 20 Gew-%igen CEM I 42.5 R-Dispersion mit 1 Gew-% Melflux 2453

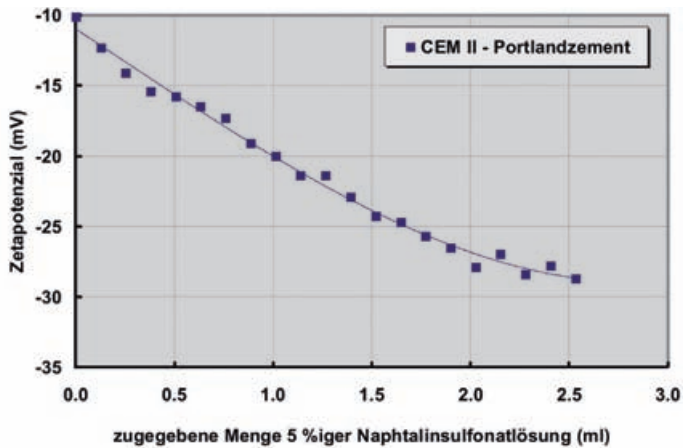


Abbildung 12: Zetapotenzial eines CEM II-Wasser-Gemisches (66 Gew-%, w/z = 0,5) in Abhängigkeit von zugegebener Menge Naphthalinsulfonatlösung

### Zetapotenzialmessungen an kommerziellen Zement-Wasser-Gemischen mit Naphthalinsulfonat als Additiv

In Abbildung 12 ist der Verlauf des Zetapotenzials eines 66 Gew-%igen (w/z-Wert = 0,5) CEM II-Zementleims in Abhängigkeit von zugegebener Menge einer Naphthalinsulfonatlösung (5 %ig) dargestellt. Offensichtlich nimmt in diesem Fall das Zetapotenzial betragsmäßig zu, wird deutlich negativer. Es kommt hier nicht zum Phänomen der Umladung oder des unerwarteten Zetapotenzialabfalls Richtung isoelektrischer Punkt wie bei einigen Polycarboxylaten, sondern zu einer erwarteten Erhöhung der negativen Ladung auf den Teilchen. Die Stabilisierung hat hier eine große elektrostatische Komponente.

### 3. Ligninsulfonat (LS)

Auch Ligninsulfonat kommt als Natriumsalz bei Zementleimen zum Einsatz. Das LS-Ion fungiert ebenfalls als anionisches Additiv. Abbildung 13 zeigt exemplarisch den Verlauf des Zetapotenzials eines 66 Gew-%igen (w/z-Wert = 0,5) CEM II-Wasser-Suspension in Abhängigkeit von der zugegebenen Menge eines handelsüblichen Natrium-Ligninsulfonates. Offensichtlich nimmt hier das Zetapotenzial, ebenso wie bei Naphthalinsulfonat, betragsmäßig deutlich zu, wird also negativer. Es kommt zu keiner Umladung, sondern zu einer Erhöhung der negativen Ladung auf den Teilchen. Die Stabilisierung hat hier, ebenso wie bei Naphthalinsulfonat, eine ausgeprägte elektrostatische Komponente.

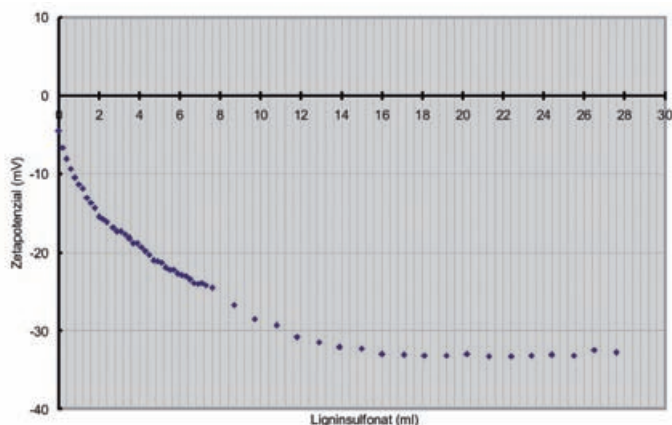


Abbildung 13: Zetapotenzial eines CEM II-Wasser-Gemisches (66 Gew-%, w/z = 0,5) in Abhängigkeit von zugegebener Menge Ligninsulfonat

## Zusammenfassung

Elektroakustik und akustische Dämpfungsspektrometrie sind vielversprechende Methoden zur Beurteilung von Wirkungsweise und Effektivität von Zementfließmittel bzw. Betonverflüssiger. Die Bestimmung des Zetapotenzials der isolierten Hydratationsphasen liefert zusammen mit den Adsorptionsmessungen sehr wichtige Hinweise auf das Adsorptionsverhalten der Additive. Diese lassen sich dementsprechend in ihrer Struktur optimieren. Elektrokinetische Untersuchungen an originalkonzentrierten Zementleimen erlauben Schlussfolgerungen bzgl. Wirkmechanismus und Zusammensetzung des jeweiligen Additivs. Die akustische Dämpfungsspektrometrie öffnet die Möglichkeit, die Verzögerungswirkung eines Fließmittels auf den Abbindeprozess zu untersuchen. Des Weiteren liefert sie Hinweise darauf, auf welche Komponenten die Additiven maßgeblich adsorbieren.

### Literatur

- [1] J. Planck and C. Hirsch. Impact of zeta potential of early cement hydration phases on superplasticizer adsorption. *Cement and Concrete Research* 37:537-542, 2007.
- [2] J. Planck, R. Schwerd, D. Vlad, A. Brandl, and P. Chatziagorastou. Kolloidchemische Aspekte zur Verflüssigung von Zementleimen mit Polycarboxylaten. In: *Tagung Bauchemie GDCh-Fachgruppe Bauchemie, 7. und 8. Oktober 2004, Anonymous Erlangen: Gesellschaft Deutscher Chemiker, 2008, p. 58-69.*
- [3] K. Holmberg, B. Jönsson, B. Kronberg, and B. Lindman. *Surfactants and Polymers in Aqueous Solution, Chichester: John Wiley & Sons Ltd, 2004. 545 pages.*
- [4] A. S. Dukhin and P. Goetz. *Ultrasound for characterization Cement dispersions. 2010. DT-Applikationen. E. ja. ja.*
- [5] VDZ-Tätigkeitsbericht 2003-2005: V - Betonausgangsstoffe und -technologie, Betonbautechnik. VDZ. 98-127, 2005.
- [6] VDZ-Tätigkeitsbericht 2007-2009: V - Betonausgangsstoffe und -technologie, Betonbautechnik. VDZ. 74-107, 2009.
- [7] R. J. Hunter, "The Electroacoustic Characterization of Colloidal Suspensions", *Handbook of Ultrasonic and Dielectric Characterization Techniques for Suspended Particulates*, V. A. Hackley and J. Texter. Eds., (American Ceramic Society, Westerville OH, 1998), 25-46
- [8] A. S. Dukhin and P. Goetz. *Ultrasound for Characterizing Colloids. Elsevier. 1-372, 2002. ISBN: 0444511644.*
- [9] A. S. Dukhin and P. Goetz. *Acoustic Spectroscopy for Concentrated Polydisperse Colloids with high Density Contrast. Langmuir 12:4987-4997, 1996.*
- [10] V. A. Hackley. *Acoustic Sensing of Hydrating Cement Suspensions: An Exploratory Study. NIST Technical Note 1492:1-35, 2008.*



## Mikrorheologie von Dispersionen mit dem RHEOLASER am Beispiel von Anstrichfarben

Dr. Uwe Boetcher, uwe.boetcher@quantachrome.de

### Einleitung

Die Untersuchung von Dispersionen mit einem Scher- bzw. Oszillationsrheometer ist eine häufig angewendete Methode, bietet sie doch die Möglichkeit, Fließeigenschaften quantitativ zu untersuchen und somit diese durch geeignete Formulierung zu steuern. Als Beispiel sei hier die Thixotropie von Anstrichfarben genannt: Sie sollen möglichst sofort am Untergrund haften und nicht verlaufen (zähflüssig), jedoch auch gut streichbar (dünnflüssig) sein – eine Anforderung, die durch zeitabhängige Scherversuche optimierbar ist.

Neben den genannten mechanischen Messungen gibt es aber auch die Möglichkeit, sehr geringe Kräfte aufzubringen (aktive Mikrorheologie), z.B. eine akustische Welle, oder aber ganz kräftefrei zu messen (passive Mikrorheologie), siehe dazu Abbildung 1. Im Zentrum dieses Artikels steht die Messung mit passiver Mikrorheologie mithilfe der Rückstreuung von Laserlicht (MS-DWS). Für eine einführende Übersicht über mikrorheologische Methoden wird ein Artikel von GARDEL empfohlen [1].

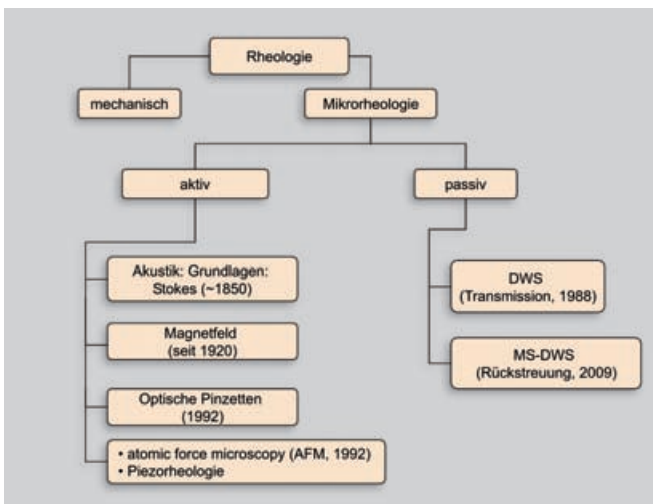


Abbildung 1: Schema rheologischer Messmethoden

### Messprinzip RHEOLASER Lab

Der RHEOLASER Lab [6] untersucht mehr oder weniger opake Dispersionen mithilfe eines Lasers im sichtbaren Wellenlängenbereich. Die hohe Partikelkonzentration bewirkt eine Mehrfachstreuung des Lichtes, das einen Kameradetektor erreicht. Diese erfassten Graustufenbilder (Speckles) enthalten bereits die notwendigen Informationen über die Bewegung der Teilchen. Voraussetzung der Methode ist, dass die Teilchen sich nur zufällig bewegen (BROWNsche Bewegung).

Schauen wir uns kurz qualitativ die Bewegung eines solchen Teilchens in einer konzentrierten wässrigen Dispersion an: Es erfährt bei Raumtemperatur aufgrund der thermischen Energie pro Sekunde etwa  $10^{20}$  Kollisionen mit den umgebenden Wassermolekülen. Die Kräfte liegen bei sehr niedrigen  $10^{-15}$  N. Neben den Wassermolekülen gibt es jedoch auch noch die Partikel in nächster Nähe, die aufgrund ihrer vergleichbaren Größe ein relevantes Hindernis darstellen. Es wird in diesem Zusammenhang auch von einem Käfig gesprochen, in dem sich unser Teilchen befindet. Diese Barriere für die Bewegung äußert sich bei der Kurve des mittleren Verschiebungsquadrats (mean-square displacement = MSD) des Teilchens in einem Plateau (vgl. Abbildung 2: Bereich von 1-10 s).

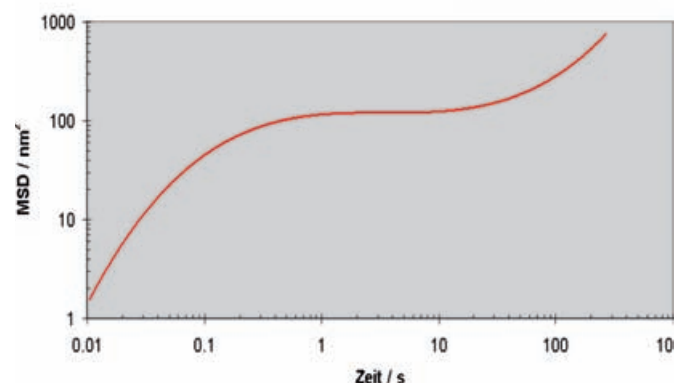


Abbildung 2: Mittleres Verschiebungsquadrat einer konzentrierten Emulsion

Viele kommerzielle Dispersionen enthalten darüber hinaus netzwerkartige Strukturen. Auch diese behindern die Teilchenbewegung, was wiederum in sehr ähnlichen MSD-Kurven wie Abbildung 2 resultiert. Die Höhe des Plateaus verrät uns bereits etwas über die elastischen Eigenschaften des Systems: Ist das Plateau vergleichsweise niedrig, so bedeutet dies, dass sich die Teilchen nur sehr wenig „frei“ bewegen können und schnell eine mechanische Barriere spüren – das mittlere Verschiebungsquadrat weist dann im mittleren Kurvenabschnitt niedrige Werte auf.

Mithilfe des mittleren Verschiebungsquadrats und der STOKES-EINSTEIN-Beziehung ist nun das Schubmodul  $G^*$  zugänglich.

### *Folgenden Fragen soll nachgegangen werden:*

- Sind die Ergebnisse des RHEOLASER Lab bzw. Ergebnisse der passiven Mikrorheologie vergleichbar mit „klassischen“ mechanischen Experimenten?
- Welchen Nutzen haben mikrorheologische Messungen?

### **Sind Ergebnisse aus der Mikrorheologie vergleichbar mit Oszillationsexperimenten?**

Für die Beantwortung der Frage soll hier primär auf einige Fachartikel verwiesen werden: DWS an wässrigen PEO Dispersionen [2], PAAM Gele [3], PEO Dispersionen [4] und Untersuchungen an einem Peptid Hydrogelnetzwerk [5]. Die Ergebnisse der Autoren zeigen grundsätzliche Übereinstimmungen der Ergebnisse zwischen Oszillationsrheometern und mikrorheologischen Rheometern hinsichtlich des Schubmoduls  $G^*$  auf. Dennoch gibt es methodenbedingte Unterschiede. Zunächst muss erwähnt werden, dass mit der Mikrorheologie nicht beliebige Flüssigkeiten untersucht werden können:

- Es müssen Partikel vorliegen, die das Licht streuen.
- Die Partikel müssen zur Anwendung der STOKES-EINSTEIN-Beziehung BROWNSche Bewegung ausführen.
- Die mittlere Teilchengröße muss bekannt sein.

Wenn diese Voraussetzungen erfüllt sind, können Ergebnisse verglichen werden. Abweichungen können sich nun durch die Tatsache ergeben, dass bei der klassischen Methode Scherkräfte auf die Probe wirken, bei der Mikrorheologie jedoch überhaupt keine externen Kräfte. Das bedeutet im einzelnen:

- Aufgrund des Motor-Drehmomentes werden für den Frequenztest bei mechanischen Rheometern im niedrigfrequenten Bereich höhere Werte erhalten als bei der Mikrorheologie.
- Für Dispersionen mit einem Netzwerk können sich Unterschiede dadurch ergeben, dass das Netzwerk durch mechanische Einwirkung teilweise zerstört wird.
- Ein Schlupf an der Wand der Messgeometrie, der bevorzugt bei hoch konzentrierten Dispersionen auftritt, ist beim RHEOLASER Lab nicht gegeben.

Zuletzt muss noch erwähnt werden, dass mit einem mechanischen Rheometer makroskopische Eigenschaften eines Fluids im Vordergrund stehen, wohingegen die Mikrorheologie die viskoelastischen Eigenschaften der unmittelbaren Nachbarschaft des Teilchens analysiert.

### **Ich habe bereits ein Rheometer – welchen Erkenntnisgewinn bringt der RHEOLASER Lab?**

Die im vorigen Abschnitt aufgezeigten Unterschiede bedingen nun die erweiterten Möglichkeiten mit passiv-mikrorheologischen Messungen.

- **Messung in vollständiger Ruhe:** Mit dem RHEOLASER ist die Nullviskosität zugänglich, Netzwerke werden nicht zerstört.
- **Verfolgen der Ausbildung der Ruhestruktur einer Dispersion mit dem RHEOLASER:** Messungen an einer kommerziellen Mayonnaise zeigten, dass es mehrere Stunden braucht, bis hier die Ruhestruktur wieder erreicht wurde; hochviskose Offsettingtinten benötigten sogar mehr als 5 Tage.
- **Detektion von Migration:** in Abbildung 2 folgt rechts des Plateaus ein linearer Abschnitt. Eine zusätzliche Teilchenbewegung, z. B. aufgrund von Sedimentation, bewirkt in diesem eine Steigung  $>1$ . Demnach ist es mit dem RHEOLASER möglich, zu erkennen, wann in einer zunächst stabilen Dispersion zusätzlich Migration auftritt.

### *Des Weiteren sind praktische Aspekte anzuführen:*

- **Temperaturschaukeltest:** Da die Dispersion beim RHEOLASER nicht auf eine Probengeometrie aufgebracht werden muss, sondern sich in einer abgeschlossenen Messzelle befindet, ist es möglich, die Veränderung ein und derselben Dispersion mit einem Schaukeltest zu untersuchen - eine sehr praktische und zeitsparende Vereinfachung.
- **Evaporation:** Einer möglichen Verdampfung von leichtflüchtigen Bestandteilen einer Dispersion muss beim RHEOLASER nicht Rechnung getragen werden, da die Messzelle geschlossen ist.

### **Ergebnisse**

Die Ausbildung einer Ruhestruktur wurde mit dem RHEOLASER Lab an einer Offsetdruckfarbe untersucht. Dafür wurde eine Glasröhre in die Probe gedrückt, anschließend gesäubert, beidseitig geschlossen und umgehend im RHEOLASER platziert. Diese Art der Befüllung bewirkt eine nicht vermeidbare Scherung der Probe. Die anschließend einsetzende Ausbildung der Ruhestruktur kann nun elegant mit dem RHEOLASER verfolgt werden.

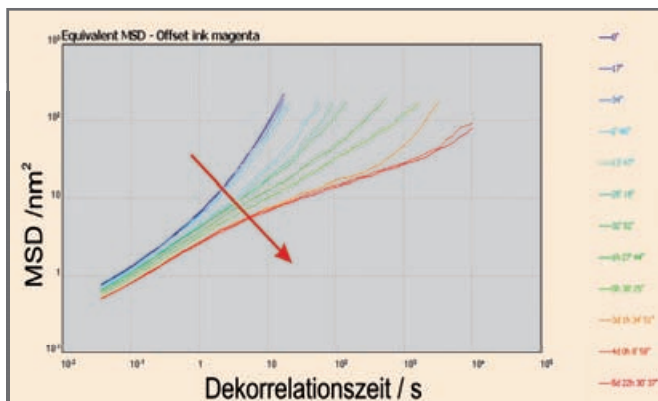


Abbildung 3: Messung der MSD (Einheit: nm<sup>2</sup>) einer Offsettinte innerhalb von sechs Tagen

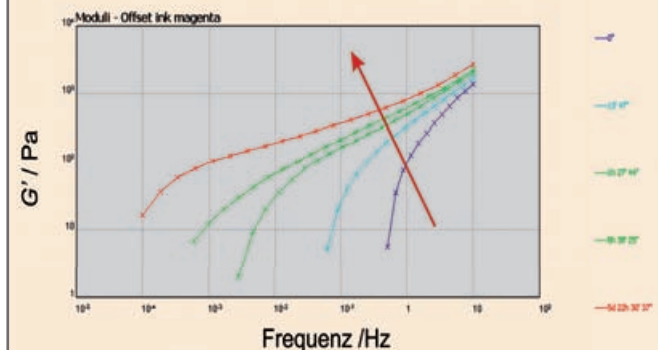


Abbildung 4: Änderung des Speichermoduls der Offsetdruckfarbe aufgrund der Ausbildung der Ruhestruktur (30°C)

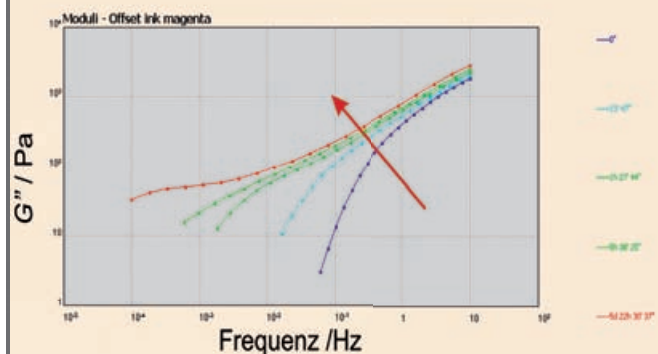


Abbildung 5: Änderung des Verlustmoduls der Offsetdruckfarbe (30°C)

Abbildung 3 zeigt mehrere Messungen (variierender Zeitabstand zwischen den Messungen) des mittleren Verschiebungsquadrats (MSD) innerhalb von sechs Tagen bei 30°C. Deutlich zu erkennen ist, dass

- die Kurven einem Trend folgen,
- erst nach etwa 4 Tagen die Änderungen zwischen den Scans nur noch klein sind und
- die Änderungen bei langen Dekorrelationszeiten stärker sind als bei kurzen.

Aus der MSD ergibt sich, wie oben erwähnt, das Schubmodul  $G^*$ , genauer, dessen Speicher- und Verlustanteil  $G'$  und  $G''$ . Abbildung 4 zeigt die Änderung des Speichermoduls und Abbildung 5 die Änderung des Verlustmoduls jeweils über der Frequenz innerhalb von 6 Tagen.

### Die Auswertung beider Abbildungen führen zu folgenden Ergebnissen:

- Bei beiden Moduln werden die zeitabhängigen Veränderungen mit sinkender Frequenz immer stärker.
- Die Veränderung vom Anfangszustand (blaue Kurve) zum Ruhezustand (rote Kurve) ist beim Speichermodul stärker.
- Die letzte Messung (Vergleich der roten Kurven in Abbildungen 5 und 6) führt zur Aussage, dass im untersuchten Frequenzbereich die Probe primär elastisch ist – das Speichermodul liegt höher als das Verlustmodul.
- Wie für ein hochviskoses System zu erwarten, sind die Werte beider Module mit allermeist  $> 10$  Pa recht groß.

### Fazit

Der RHEOLASER Lab steht für die Methode der passiven Mikrorheologie. Er analysiert opake Dispersionen anhand ihrer Mehrfach-Lichtstreuung mittels Speckle Bildern. Grundsätzlich werden die Messungen ohne Scherkräfte optional bei Temperaturen bis 60°C durchgeführt, was die erörterten neuen Möglichkeiten der Dispersionsanalyse eröffnet.

Nutzen Sie die Möglichkeiten von Test- und Auftragsmessungen sowie Methodenentwicklungen an Ihren Dispersionen – unser LabSPA (Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse) steht mit entsprechender Messtechnik gerne zu Ihrer Verfügung.

### Literatur

[1] M. L. Gardel, M. T. Valentine, D. A. Weitz in: K. Breuer (Ed.), „Microscale diagnostic techniques“, Springer, Berlin, Heidelberg, 2005  
 [2] T. G. Mason, Phys. Rev. Lett. 79, 17, 3282, 1997  
 [3] F. Gittes et al., Macromol. 30, 25, 1997  
 [4] M. A. K. Williams et al., J. Non-Newtonian Fluid Mech. 149, 63-70, 2008  
 [5] C. Veerman et al., Macromol. 39, 6608-6614, 2006  
 [6] Partikelwelt 11, Quantachrome, 7-9, 2009



## Untersuchung der Stabilität von Drucktinten mit dem TURBISCAN

Dr. Uwe Boetcher, uwe.boetcher@quantachrome.de



### Einleitung

Nachdem in [1] der Einsatz des TURBISCAN Online für die Verfolgung der mittleren Teilchengröße eines Mahlprozesses dargestellt wurde, soll in diesem Artikel wieder die offline Laboranalyse im Vordergrund stehen. Beispielhaft besprechen möchten wir hier die Stabilitätsuntersuchung von Drucktinten.

Keramikdruckfarben bestehen aus anorganischen Pigmenten, die in einer Flüssigkeit dispergiert sind. Die Viskosität der kontinuierlichen Phase wird dabei applikationsspezifisch eingestellt, um ein optimales Druckergebnis zu erreichen. Eine hohe Stabilität der Drucktinte sowohl bei der Lagerung als auch beim Bedrucken selbst ist unerlässlich, da die Pigmente aufgrund ihrer höheren Dichte im Vergleich zur kontinuierlichen Phase sedimentieren und aufgrund von Interpartikelwechselwirkungen auch aggregieren. Die Aggregation ist dabei potentiell reversibel. Diese beiden Instabilitäten verändern die rheologischen Eigenschaften der Drucktinte, was sich in verschlechterten Produkteigenschaften widerspiegelt. Für ein gegebenes Pigment ist es also notwendig, die Stabilität der Tinte bei variierender kontinuierlicher (äußerer) Phase zu untersuchen. Dabei sind Analysen mit dem TURBISCAN Lab sehr hilfreich, denn damit können Aggregation und Sedimentation im zeitlichen Verlauf verfolgt werden. Stabilitätsphänomene unterschiedlicher Formulierungen können eingeschätzt werden:

- Wenn das Pigment schnell sedimentiert, ist es in der Regel nicht redispersierbar und der Gebrauch einer solchen Formulierung ist nicht ratsam.
- Wenn die Migrationsrate des Pigments langsam ist, aber das Sediment nicht redispersierbar ist, sollte die Tinte schnell verwendet werden.
- Bei langsamer Sedimentation und guter Redispersierbarkeit ist eine gute Langzeitstabilität gegeben.

### Messprinzip TURBISCAN

Der TURBISCAN [2] kann durch die gleichzeitige Erfassung der Rückstreuung und der Transmission von monochromatischem Licht im Infrarotbereich opake und transparente Proben messen. Durch das vertikale Abescannen der Messzelle bei einer Auflösung von 40  $\mu\text{m}$  über die gesamte Probenzelle in frei wählbaren zeitlichen Abständen werden Migrationsbewegungen der Teilchen nach oben (Aufräumen) und nach unten (Sedimentation) erfasst. Gleichzeitig kann Partikelwachstum durch Flokkulation oder Koaleszenz anhand der Messsignale erkannt und quantifiziert werden. Basis der Datenauswertung ist dabei die Mie-Theorie für die Rückstreuung und das Lambert-Beer-Gesetz für die Transmission.

Auswertegrafiken sind beim TURBISCAN so zu verstehen, dass der linke Koordinatenursprung dem Boden der Messzelle entspricht, der rechte Teil dagegen dem Meniskus der Dispersierflüssigkeit.

### Ergebnisse

Es wurden drei Tinten gleichen Pigments analysiert, die sich jeweils in der Komposition der kontinuierlichen Phase unterscheiden.

- Menge: 6 ml
- Analysetemperatur: 20°C
- Analysedauer: 18 h

Analysiert werden die Änderung der Rückstreuung ( $\gamma$ -Achse, in %) über der Höhe der Messzelle ( $x$ -Achse) als Funktion der Zeit.

## 1. Migrationsprofile und Sedimentationskinetik

In den Scanprofilen (Abbildung 1) ist eine starke Abnahme der Rückstreuung im oberen Bereich der Probe zu erkennen: Durch die Sedimentation des Pigments bildet sich eine Aufklarungszone. Die Sedimentationskinetik, Abbildung 2, wird für alle drei Tinten basierend auf der Aufklarungszone erstellt. Ein Vergleich der drei Kurven zeigt, dass Probe 2 die geringste Sedimentation zeigt.

Zusätzlich zu den Sedimentationsmessungen wurde ein Scherrheometerversuch der drei Tinten durchgeführt (Scherrate:  $10 \text{ s}^{-1}$ ). Die Ergebnisse dazu finden sich in Abbildung 3. Es zeigt sich, dass die dynamischen Viskositäten reziprok linear mit der Migrationsgeschwindigkeit korrelieren, was nach dem einfachen Stokesgesetz für die Sedimentation auch so erwartet wird.

## 2. Untersuchung der Redispergierbarkeit

Generell weisen Pigmente eine höhere Dichte als Wasser auf und bilden ein Sediment am Boden. In diesem können die Partikel irreversibel aggregieren.

Mithilfe des TURBISCAN Lab kann in einem einfachen Experiment die Redispergierbarkeit des Sediments untersucht werden: Der Verlauf der Rückstreuung am Anfang ( $t_0$ )

über der Probenhöhe für eine gegebene Probe wird verglichen mit einem Scan, der nach Aufschütteln des Sediments aufgenommen wurde.

- Ist die zweite Kurve die gleiche wie die bei  $t_0$ , so liegt Redispergierbarkeit vor.
- Unterscheidet sich hingegen die Höhe der Kurve von der bei  $t_0$ , so ist das Pigment nicht redispergierbar.

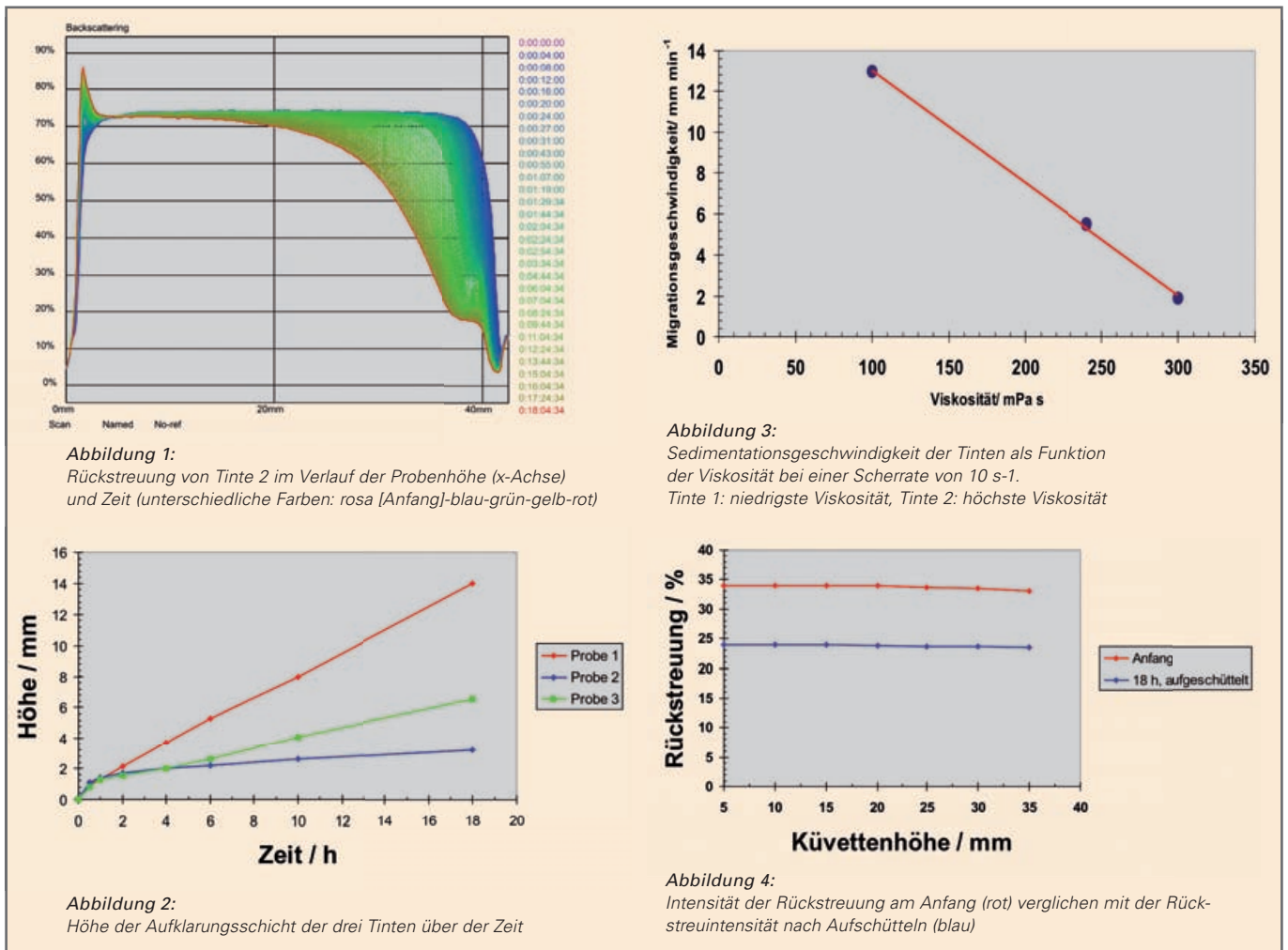
Abbildung 4 zeigt also, dass Probe 1 nicht redispergierbar ist.

### Fazit

Der TURBISCAN Lab ermöglicht die Detektion von Migrationsphänomenen ohne störende Einwirkung zusätzlicher Kräfte auf die Dispersion. Unterschiedliche Formulierungen werden unter originalen Lagerungsbedingungen hinsichtlich ihres Migrationsverhaltens und der Redispergierbarkeit vergleichbar. Abgesehen von Tinten können viele andere Dispersionen aus unterschiedlichen Branchen (Lebensmittel, Pharmazie, personal care, home care,...) auf diese Weise objektiv beurteilt werden.

### Literatur

- [1] Partikelwelt 11, Quantachrome, S. Breitung-Faes, A. Kwade, 3 - 6, 2009  
 [2] Partikelwelt 7, Quantachrome, 8 - 11, 2008



## Weiterbildungsseminar „Charakterisierung von Dispersionen, Pulvern und porösen Stoffen“ in Hamburg



Das Weiterbildungsseminar 2011 stellt die folgenden Themen in den Mittelpunkt:

### 1. Tag (29.03.2011)

**Partikelgröße (5 nm bis 2500  $\mu\text{m}$ ), Partikelformanalyse sowie Bestimmung von Partikelgrößen und Zetapotenzial in konzentrierten Dispersionen**

### 2. Tag (30.03.2011)

**Stabilität von Dispersionen, mikrorheologische Untersuchungen, Trocknungsverhalten dünner Schichten sowie Zetapotenzial in verdünnten Dispersionen**

### 3. Tag (31.03.2011)

**Charakterisierung von Oberflächen- und porösen Strukturen durch Gas- und Dampfsorption, Hg-Porosimetrie, Kapillarflow-Porometrie und weitere Messverfahren**

Die Teilnahme am Weiterbildungsseminar ist auch an einzelnen Tagen möglich.

Teilnahmegebühr Weiterbildungsseminar Hamburg 2011:

#### 1-tägiges Seminar:

190 € zzgl. MWSt. (Brutto 226,10 €)  
**Frühbucherpreis (bis 31.01.2011) 170 €**  
 zzgl. MWSt. (Brutto 202,30 €)

#### 2-tägiges Seminar:

320 € zzgl. MWSt. (Brutto 380,80 €)  
**Frühbucherpreis (bis 31.01.2011) 290 €**  
 zzgl. MWSt. (Brutto 345,10 €)

#### 3-tägiges Seminar:

390 € zzgl. MWSt. (Brutto 464,10 €)  
**Frühbucherpreis (bis 31.01.2011) 350 €**  
 zzgl. MWSt. (Brutto 416,50 €)

Im Beitrag enthalten sind die Teilnahme, Seminarunterlagen, Mittag- und Abendessen sowie die Pausenversorgung. Angehörigen von Universitäten und Fachhochschulen werden auf Anfrage Sonderkonditionen gewährt. Die Anmeldung ist mit dem beiliegenden Flyer oder einfach per E-Mail an [info@quantachrome.de](mailto:info@quantachrome.de) möglich. Wir begrüßen Sie ganz herzlich zum Weiterbildungsseminar in Hamburg!


Mit unserem insgesamt 3-tägigen Weiterbildungsseminar 2011 möchten wir verstärkt die komplexe Charakterisierung von Probenarten durch sich ergänzende Messmethoden in den Mittelpunkt der Vorträge stellen. Zusätzlich zu den theoretischen Grundlagen werden an allen drei Tagen Live-Experimente vorgeführt, um praxisnahe Ergebnisse und Lösungen auszutauschen.

Bitte beachten Sie unsere Frühbucherpreise und die Begrenzung der Teilnehmerzahl. Im beiliegenden Flyer finden Sie die Einzelthemen und das Formular für Ihre Anmeldung.



# QUANTACHROME

Your partner in particle characterization



Your partner in particle characterization



Sprache:

Suche:

Home

**WISSENSWERTES**


- Home →
- Messaufgaben
- Anwendungsbereiche
- Messmethoden
- Service und Weiterbildung

**PRODUKTE, TECHNIK & ZUBEHÖR**

- Analysengeräte
- Auftragsanalytik
- Gerätehersteller

**ZUM ANFRAGEKORB:**





**Herzlich Willkommen bei QUANTACHROME!**

QUANTACHROME ist Spezialist für die umfassende Charakterisierung von Pulvern, Dispersionen und porösen Stoffen. Wir informieren Sie auf unserer Homepage über Analysegeräte, Messmethoden, und Erfahrungen unseres LabSPA - dem Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse!

Der einfachste Weg zu uns ist eine Email an [info@quantachrome.de](mailto:info@quantachrome.de) !

---

**NEWS**

**News vom 11-06-2010**

Die *Partikelwelt 11* informiert über

- Weltneuheit RHEOLASER zur mikro-rheologischen Charakterisierung von weichen Stoffsystemen,
- Online-Untersuchungen mit TURBISCAN-ONLINE und DT-1200,
- Partikelgröße und Partikelform, QUANTACHROME PowderTechNotes u.a.

Alle Ausgaben der Partikelwelt finden Sie auf der Hauptseite unter Service und Weiterbildung.

---

**News vom 03-05-2010**

**Neu:** Gasadsorption zur Oberflächen- und Porenanalyse - das neue AUTOSORB IQ setzt Maßstäbe als Ein- und Zweistationenmessgerät mit integriertem Probenvorbereitungssystem!

QUANTACHROME stellte im März 2010 das völlig neuentwickelte AUTOSORB IQ vor:

- Ein- oder Zweistationenmessgerät
- 3 hochauflösende Drucksensoren und separate Manifolds für jede Messstation
- 2-Stationen-Mikroporenanalyse: 1 Torr-Drucksensoren an Jeder Analysenstation u.a.

Weitere Spezifikationen auf Anfrage und in Kürze unter Analysengeräte → AUTOSORB IQ

**CHARAKTERISIERUNG:**



von Dispersionen



von Pulvern



von porösen Stoffen

zu finden auf

[www.quantachrome.de](http://www.quantachrome.de)

  
Your partner in particle characterization