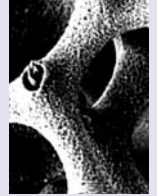


# PARTIKELWELT



AKTUELLE FACHBEITRÄGE DER QUANTACHROME GMBH & CO. KG | Ausgabe 6 | Juni 2007

Liebe Leserinnen und Leser, mit einer **weltweit neuen Messmethode zur Charakterisierung des Trocknungsverhaltens von Beschichtungen** bzw. Filmen haben wir jüngst die Palette von QUANTACHROME Partikelmesstechnik komplettiert. Damit setzen wir unsere positive Entwicklung der letzten Jahre auf dem Gebiet der Partikelmesstechnik fort. Sehr viele Geräteanwender haben wir hinzugewonnen, sehr vielen Kunden eine fachliche Weiterbildung geboten und sehr vielen Interessenten konnte unser Applikationslabor mit normgerechten Ergebnisberichten und Methodenentwicklungen weiterhelfen.



Ein Erfolgsrezept von QUANTACHROME Partikelmesstechnik besteht darin, Messtechnik und Ergebnisse nicht nur zur Partikelgröße selbst, sondern eine Kombination von Messverfahren für eine umfassende Partikelanalyse anbieten zu können. Wer zusätzlich zu den Partikelgrößenverteilungen mit den CILAS-Lasergranulometer (ISO 13320) auch Informationen zur Feststoffdichte (DIN 66137), zur spezifischen Oberfläche (DIN 66131) oder zu Porengrößenverteilungen vom Sub-Nano- bis zum Millimeterbereich (DIN 66133-66135) benötigt, der findet bei uns die richtigen Ansprechpartner. Charakterisierung von feinteilig dispergierten und porösen Stoffsystemen – dafür steht der Name QUANTACHROME Partikelmesstechnik.

Schwerpunkt dieser Ausgabe ist die Partikelgrößenanalyse. Nicht zuletzt würdigen wir damit das **40-jährige Firmenjubiläum der Firma CILAS, welche Ende der 60er Jahre die Laserbeugung (Lasergranulometrie) als kommerzielle Messmethode und eine heutige Standardmethode für Partikelgrößenmesstechnik einführte und deren Weiterentwicklung maßgeblich mitbestimmt.**

Zu unserer Umfirmierung in die QUANTACHROME GmbH & Co. KG lesen Sie unsere Presseinformation. Als geschäftsführender Gesellschafter der QUANTACHROME GmbH & Co. KG wünsche ich Ihnen Erfolg bei der Arbeit und persönlich alles Gute,

*D. Klank*

Ihr Dr. Dietmar Klank

## Partikelgrößen- und Partikelformanalyse durch Laserbeugung zur umfassenden Charakterisierung von feinteiligen und porösen Stoffsystemen

### Einführung und Historie

Bei den Analyseverfahren zur Charakterisierung von feinteiligen dispersen und porösen Stoffsystemen stehen die Bestimmung der Partikelgröße und der Partikelform sowie Oberflächenparameter, wie BET-Oberfläche, Zetapotenzial und Porengrößenverteilungen, oft im Mittelpunkt. Die Partikelgröße oder deren Verteilungsfunktion gestattet oft sehr wichtige Aussagen zur Qualität eines Rohstoffes, dient als Steuerparameter für die Produktion oder als Qualitätsmaßstab für ein Endprodukt. In Abbildung 1 sind wesentliche Messmethoden „rund um das Partikel“ aufgeführt, welche für Test- und Auftragsmessungen sowie Methodenentwicklungen zur Verfügung stehen. (Lesen Sie auch S. 14: Laboratory for Scientific Particle Analysis (LabSPA): Das komplette Programm zur umfassenden Partikelcharakterisierung)



Abbildung 1 Methoden zur umfassenden Partikelcharakterisierung

### IN DIESER AUSGABE

- Seite 1 Partikelgrößen- und Partikelformanalyse durch Laserbeugung zur umfassenden Charakterisierung von feinteiligen und porösen Stoffsystemen
- Seite 10 **40 Jahre CILAS** High-Tech-Lasertechnik
- Seite 11 **Weltneuheit HORUS** Optische Analyse des Trocknungsverhaltens dünner Schichten
- Seite 12 **TURBISCAN** charakterisiert auch die Stabilität von lichtundurchlässigen Dispersionen ohne Störung durch Einwirkung von Kräften
- Seite 13 **DT-1200** für Zetapotenzial und Partikelgröße in Originalkonzentration: Überlegenheit, die man prüfen kann | Presseinformation zur Umstrukturierung in die QUANTACHROME GmbH & Co. KG
- Seite 14 **Laboratory for Scientific Particle Analysis (LabSPA)** Das komplette Programm zur umfassenden Partikelcharakterisierung
- Seite 15 Stellenangebot
- Seite 16 Quantachrome intern | Messen, Fachtagungen und Seminare

In Partikelwelt 5 (als pdf-Datei herunterzuladen von [www.quantachrome.de](http://www.quantachrome.de)) wurde ein Schema für die Hierarchie der Feststoffe dargestellt. Im vorliegenden Beitrag sollen die Zusammenhänge zur Partikelgrößenanalyse, aber auch zur Oberflächen- und Porenanalyse erweitert dargestellt werden. So wie zusätzlich zur Partikelgröße auch die Partikelform eine immer wichtigere Rolle spielt, um unterschiedliches Verhalten der Partikel in Prozessen bewerten zu können, so werden viele Prozesse maßgeblich von der spezifischen Oberfläche und der Porenstruktur der Partikel bestimmt. In Tabelle 1 ist die QUANTACHROME-Partikelmesstechnik in Bezug auf die unterschiedlichen Stufen der Hierarchie der Festkörper eingeordnet.

Die Partikelgröße bestimmt maßgebliche Produkteigenschaften disperser Systeme, die für unterschiedlichste Anwendungen entwickelt, eingesetzt oder weiterverarbeitet werden. Eine Partikelgrößenanalyse bildet eine wesentliche Grundlage der Charakterisierung von Pulvern, Suspensionen und Emulsionen. Dabei wird der Begriff oft auf den eigentlichen Messvorgang reduziert, welcher die primäre Grundlage der Messergebnisse bildet. Im Folgenden soll die Partikelgrößenanalyse weiter gefasst werden, d.h. als Komplex von Probennahme, Probenteilung, Messvorgang und Auswertung der Messergebnisse.

Unterschiedliche Messverfahren werden angewendet, um die Partikelgröße zu bestimmen. Methoden wie Siebung und Sedimentation werden nach wie vor zu Vergleichszwecken oder aus Tradition angewendet. Sehr unterschiedliche Bildanalyseysteme stehen für verschiedenste Partikelgrößenbereiche zur Verfügung. Partikelzählmethoden kommen zum Einsatz, wenn z. B. bei Raumtechnik nur extrem geringe Partikelkonzentrationen vorliegen. Das akustische und elektroakustische Spektrometer DT-1200 wiederum hat seine Stärken im Nanometerbereich beim Vermessen von hochkonzentrierten Dispersionen mit zusätzlicher Ermittlung des Zetapotenzials. In jedem dieser Fälle wird ein sogenannter Äquivalentdurchmesser der Partikel ermittelt. Leider differiert dieser bei unregelmäßig geformten Partikeln (Abweichung von der Kugelform) und der Anwendung verschiedener Messmethoden teilweise deutlich. Dies ist jedoch verständlich, da verschiedene Messmethoden unterschiedliche Partikelmerkmale ermitteln. Bei der Sedimentation ist der Äquivalentdurchmesser eines unregelmäßig geformten Partikels der Durchmesser einer masse- bzw. sinkgeschwindigkeitsäquivalenten Kugel, bei der Laserbeugung wird die Projektionsfläche eines Partikels als Maßstab hergenommen. Der eigentliche Ausgangspunkt der Problematik ist, dass mit einer einzigen Längengröße (Partikeldurchmesser) ein unregelmäßiges

Stufe	Gefügestück	Parameter bzw. Messmethoden	Messgeräte
Tertiär	Formkörper	Porenanalyse mittels Quecksilberporosimetrie	POREMASTER, POREMASTER GT
		BET-Oberfläche	MONOSORB, NOVA e, QUADRASORB SI, AUTOSORB
		Wasserdampfsorption	HYDROSORB-1000
		Gaspyknometrie	ULTRAPYCNOMETER, PENTAPYCNOMETER, MULTIPYCNOMETER
		Porenanalyse mittels Gas-sorption	NOVA e, QUADRASORB SI, AUTOSORB
Sekundär	Korn (Partikel)	Partikelgrößenanalyse, Partikelform	CILAS 930e, CILAS 1064, CILAS 1180
		BET-Oberfläche	MONOSORB, NOVA e, QUADRASORB SI, AUTOSORB
		Wasserdampfsorption	HYDROSORB-1000
		Porenanalyse mittels Gas-sorption	NOVA e, QUADRASORB SI, AUTOSORB
		Porenanalyse mittels Quecksilberporosimetrie	POREMASTER, POREMASTER GT
		Gaspyknometrie	ULTRAPYCNOMETER, PENTAPYCNOMETER, MULTIPYCNOMETER
		Schütt- und Rütteldichte	DUAL-AUTOTAP, AUTOTAP
		Probenteilung	Microriffler, Sieving Riffler
Primär	Primärteilchen	Chemisorption, TPD/TPR für Katalysatorcharakterisierung	AUTOSORB-1C (optional mit TPD/TPR-Option), ChemBET 3000 TPD/TPR

**Tabelle 1** Messtechnik in der Hierarchie der Festkörper

Partikel charakterisiert wird, wo doch bereits eine geringe Abweichung von der Kugelform zu mindestens zwei Durchmessern (größte und kleinste Partikelausdehnung) führt. Andererseits zeigt die Praxis, dass seit vielen Jahrzehnten diese Vorgehensweise zu vielen neuen Erkenntnissen, zur ausreichenden Charakterisierung von Produkten und zur Steuerung von vielen Produktionsprozessen ausreicht.

Für sehr viele Anwendungen, insbesondere im Mikrometerbereich, hat sich in den letzten Jahrzehnten die Laserbeugung durchgesetzt. **Die Lasergranulometrie wurde von der französischen Firma CILAS im Jahr 1968 mit dem ersten kommerziellen Lasergranulometer weltweit eingeführt**, wobei dieses erste derartige Messgerät seinerzeit speziell für die Baustoffindustrie entwickelt wurde. Damit war ein wesentliches Ziel vorgegeben: Aufgrund der großen Stoffdurchsätze in der Baustoffbranche sollten schnellstmöglich Ergebnisse für die Produktionssteuerung gewonnen werden. Mit dem neuentwickelten Lasergranulometer begann der Siegeszug der Laserbeugungsmethode für Baustoffuntersuchungen und, aufgrund der vielfältigen Vorteile dieser Methode, auch

in anderen Bereichen. Noch heute ist der Begriff **Lasergranulometrie**, insbesondere in der Industrie, ein feststehender Begriff und ein entsprechendes Analysegerät wird auch heute noch häufig als **CILAS-Lasergranulometer** bezeichnet.

**Die Vorteile der Laserbeugung liegen seit deren Einführung durch die wegweisende Innovation von CILAS auf der Hand:**

- CILAS-Lasergranulometer führen zu schnellen und absolut reproduzierbaren Ergebnissen,
- arbeiten vollautomatisch,
- besitzen einen großen dynamischen Messbereich (CILAS 1180, s. Abbildung 2)
- sind für viele Stoffsysteme in unterschiedlichen Flüssigkeiten oder als Trockenmessung anwendbar,
- Ultraschallanwendung zur Probendispergierung ist bei CILAS, im Gegensatz zu anderen Messsystemen, sowohl vor als auch während der Messung möglich! ,
- die neuentwickelte Trockendispergiereinheit DJD ermöglicht exzellente Dispergierung von trockenen Pulvern! ,
- die Umschaltung zwischen Nass- und Trockenmessung erfolgt durch einen einzigen Mausklick ohne jeglichen Umbau u.a.

Im Falle der Fraunhofer-Auswertung ermöglicht die Laserbeugung, im Gegensatz zur Sedimentation, eine stoffdatenfreie Auswertung und damit auch die Messung von Stoffgemischen.

Auch wenn das erste derartige Lasergranulometer gegenüber den heutigen Analysatoren als Museumsstück erscheint,

z. B. nur den unteren Mikrometerbereich zu vermessen hat, muss sein Budget nicht mit Messtechnik für den Millimeterbereich belasten. In Tabelle 2 sind die Methoden, Messbereiche und Analysegeräte von Partikelgrößenanalysatoren dargestellt. Nutzen Sie bitte unsere beiliegende Faxantwort für die Anforderung weiterer Informationen!

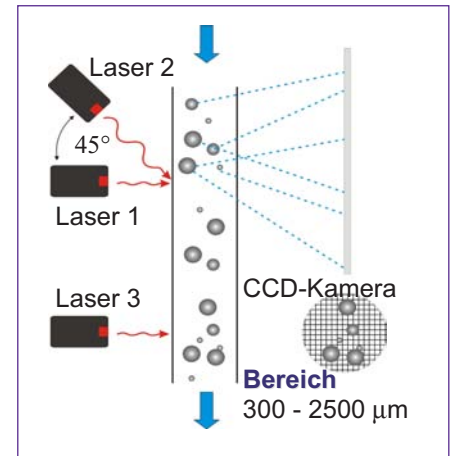


Abbildung 3 3-Lasertechnik des CILAS 1180

onen können durch Bildanalyse von Partikeln gewonnen werden. Mit der CCD-Kamera im CILAS 1180 oder einem optionalen Videomikroskop für alle CILAS-Gerätemodelle sowie der Software EXPERT SHAPE sind Möglichkeiten für eine Kombination von Partikelgrößen- und Partikelformanalyse gegeben. Die in diesem Beitrag vorgestellten Partikelgrößenbestimmungen wurden maßgeblich mit dem CILAS 1180 durchgeführt (Abbildung 3). Dieses Lasergranulome-

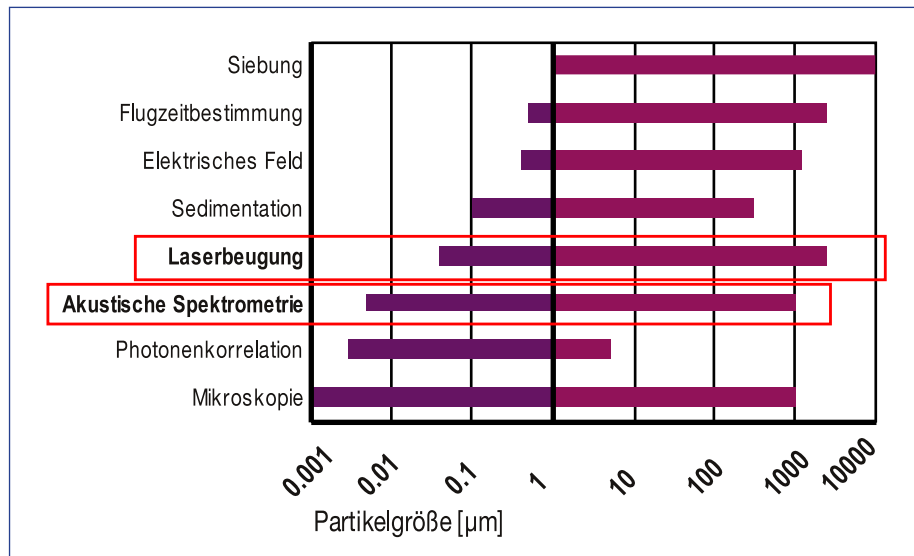


Abbildung 2 Messbereich von Methoden zur Partikelgrößenbestimmung

hatte es bereits einen Messbereich mit entsprechender Auflösung, der auch für einige heutige Anwendungen völlig ausreichend ist. Aus diesem Grund sind auch heute noch Analysatoren der älteren Serien CILAS 715 und CILAS HR 850 in Gebrauch. Dies zeugt für die exzellente Langzeitstabilität der CILAS-Lasergranulometer, wie sie bei unseren Kunden auch bei den **aktuellen Gerätemodellen CILAS 1180, CILAS 1064 und CILAS 930e** geschätzt wird.

Für diejenigen, die mit den Namen **CILAS** möglicherweise noch nicht vertraut sind:

**Die französische Firma CILAS wurde im Jahre 1966 gegründet, steht allgemein für High-Tech-Lasertechnik und hat die Laserbeugungsmethode als Partikelgrößenmessmethode als erste Firma weltweit industriell nutzbar gemacht.** Aus dem Know-how der Herstellung und Anwendung von Lasertechnik resultierte durch CILAS die Erfindung und Einführung der Laserbeugung zum Zwecke der Korngrößenanalyse am Ende der 1960er Jahre mit dem ersten kommerziellen Lasergranulometer im Jahre 1968. Im Laufe der Zeit wurde eine Familie von CILAS-Lasergranulometern entwickelt, die für fast jede Anwendung eine Lösung bietet. Verbunden mit den verschiedenen Gerätemodellen sind unterschiedliche Messbereiche und, zum Glück für viele Gerätenutzer, auch ein flexibles Preis-Leistungsverhältnis. Denn nur wer sämtliche Messoptionen und den maximalen Messbereich benötigt, muss die hierfür erforderliche Technik erwerben. Wer jedoch aufgrund seiner Probenarten

Partikelgrößenverteilung (0,04 – 2500 µm)	Laserbeugung nach ISO 13320	CILAS 1180	CILAS 930e
		CILAS 1064	
Partikelgrößenverteilung (> 5 nm) konzentrierter Dispersionen	Akustospektrometrie	DT-1200 (mit Zeta-potenzial)	DT-100
Partikelgrößenbestimmung konzentrierter Dispersionen	Turbiscan-Prinzip	TURBISCAN Lab EXPERT (Stabilitätsanalyse von Dispersionen unter Originalbedingungen!)	

Tabelle 2 Partikelgrößenanalyse vom Nanometer- bis in den Millimeterbereich

Die Laserbeugung besitzt ihre Stärke im Mikrometerbereich und hat sich dort als eine Standardmethode durchgesetzt, so wie sie in der Norm **ISO 13320** beschrieben ist. Anhand des dynamischen Messbereichs des CILAS-Lasergranulometer 1180 von 0,04 – 2500 µm erkennt man die Möglichkeiten der Messmethode vom Submikrometer- bis in den Millimeterbereich. Ergänzende Informati-

ter kombiniert die klassische Laserbeugung im Feinbereich mit einem zweiten, im Winkel von 45° versetzten, Laser und im Grobbereich die Partikelgrößenbestimmung mittels CCD-Kamera. Dabei können, bei Beibehaltung der als CILAS-Technologie bekannten kurzen und robusten optischen Bank, ohne zusätzliche Optionen zum Messgerät auch Informationen über Partikelformen gewonnen werden.

## Theorie der Laserbeugung

Der Begriff **LASER** (acronym für **L**ight **A**mplification by **S**timulated **E**mission of **R**adiation) hat der Methode zur Partikelgrößenbestimmung den Namen gegeben. Laserlicht ist nahezu monochromatisch, d.h. besteht aus Licht einer Wellenlänge. Es führt zu unterschiedlichen Wechselwirkungen mit Materie:

1. Brechung als Ablenkung des Lichts beim Durchtritt durch eine Grenzfläche,
2. Beugung als Lichtstreuung durch große Partikel, wenn die Partikeldurchmesser im Größenbereich der Lichtwellenlänge sind,
3. Streuung bezeichnet allgemein die Wechselwirkung von Licht und Partikel; die Rayleigh-Streuung tritt auf, wenn die Wellenlänge des Lichtes größer als die Partikel selbst ist.

Alle Partikel einer Probe beugen das Licht eines monochromen Laserstrahls. Durch diese Lichtbeugung entsteht jeweils ein Beugungsmuster mit mehreren Intensitätsmaxima und -minima. Ein Partikel mit einem großen Durchmesser beugt den Laserstrahl nur wenig, d.h. in einem kleinen Winkel. Die Lichtspektren der kleinen Partikel dagegen müssen von lichtempfindlichen Detektoren in größeren Winkeln gegenüber dem Laserstrahl aufgenommen werden. Abbildung 4 zeigt schematisch Beugungsspektren an unterschiedlich großen Einzelpartikeln und das summarische Spektrum eines Partikelgrößengemisches. Auf der x-Achse ist dabei der Winkel gegenüber der Richtung des Laserstrahls und auf der y-Achse die Lichtintensität aufgetragen. Große Partikel ( $d_1$ ) führen zu größeren Intensitätsmaxima bei kleineren Winkeln, kleine Partikel ( $d_2$ ) zu schwächeren Intensitätsmaxima bei größeren Winkeln. In Abbildung 4 ist erkennbar (links unten), dass sich die Intensitätsmaxima kleinerer Partikel in Richtung größerer Winkel verschieben. Unten rechts ist die resultierende Summe der Lichtspektren eines Partikelgrößengemisches verdeutlicht, so wie sie an den Detektoren gemessen wird.

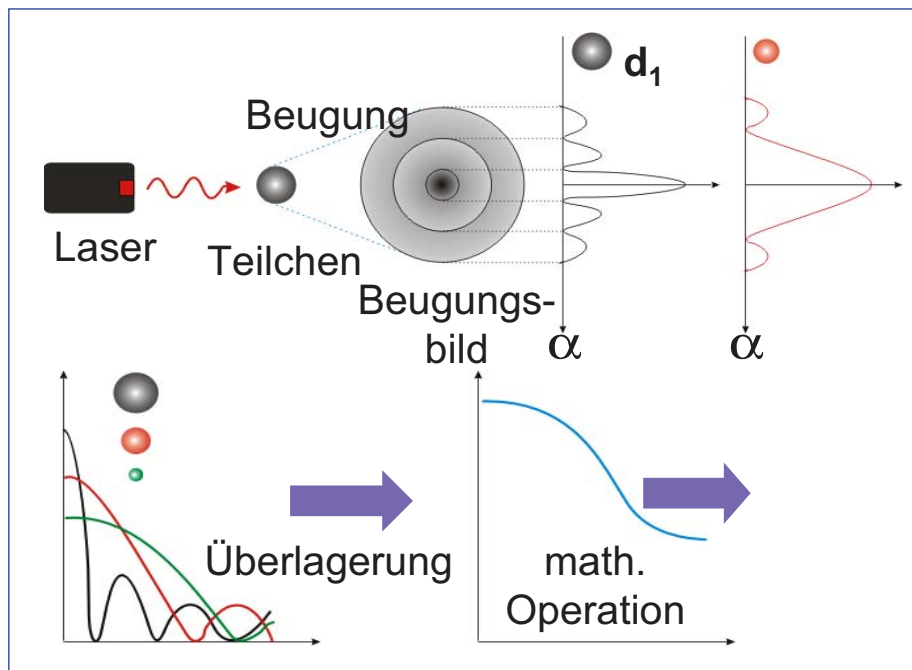


Abbildung 4 Schematische Einzellichtspektren aus unterschiedlich großen Partikeln und summarisches Lichtspektrum einer entsprechenden Mischung

Die Beugungsmuster von unterschiedlich großen Partikeln sind bekannt. Aufgabe ist es, aus einer experimentellen Kurve (Intensität in Abhängigkeit vom Winkel) den Anteil des theoretischen Spektrums aller Partikelgrößen vom experimentell ermittelten Gesamtspektrum zu berechnen. Die Partikelgeschwindigkeit spielt bei der Laserbeugung theoretisch keine Rolle, die Messungen erfolgen an Partikelkollektiven. Die Partikelgrößenbestimmung nach dem Prinzip der Laserbeugung (auch statische Lichtstreuung,

Laserdiffraktometrie oder Lasergranulometrie) basiert auf der FRAUNHOFER-Näherung. Mit Hilfe der Theorie nach MIE werden auch andere Effekte als die Laserbeugung in die Partikelgrößenberechnung einbezogen, so dass man dann von statischer Lichtstreuung sprechen sollte. Die MIE-Theorie wird für sehr kleine Partikel angewendet. Durch die Einbeziehung von Lichtabsorptionseffekten benötigt man den realen und imaginären Brechungsindex der Probe, was in der Praxis oft Schwierigkeiten bereitet und bei Mischungen i.d.R. unmöglich ist.

#### FRAUNHOFER-Theorie

Die Interpretation der Beugungsbilder, wie sie in Abbildung 3 schematisch verdeutlicht werden, hängt vom Partikelgrößenbereich der realen Probe ab.

Unter den Voraussetzungen, dass

- die Partikeldurchmesser deutlich größer als die Wellenlänge des Laserlichts sind,
- die Partikel lichtundurchlässige Kugeln sind und
- der Teilchenabstand 3 bis 5 mal größer als der Partikeldurchmesser ist (verdünnte Dispersionen),

kann man von reinen Beugungsphänomenen ausgehen. Diese werden durch die FRAUNHOFER-Theorie beschrieben, welche eine Korrelation zwischen Lichtintensität und Partikeldurchmesser bietet.

Für die Auswertung hat dieses Modell den Vorteil, dass keine Stoffparameter benötigt werden. Anders gesagt, im Bereich der FRAUNHOFER-Beugung müssen keine Brechungs- und Absorptionsindizes berücksichtigt werden.

Die Beugungsintensität  $I$  einer monodispersen Partikelmenge hängt ab von

- der von einem Partikel abhängigen Lichtintensität  $I_0$
- dem Partikeldurchmesser  $d_p$
- dem Beugungswinkel, bei dem die Lichtintensität gemessen wird ( $\alpha$ ) und
- dem Partikelvolumen ( $V_p$ )

$$I(\alpha) = f(V_p, I_p(\alpha, d_p))$$

Für eine Mischung von Partikeln verschiedener Durchmesser müssen die Intensitäten, welche von einem Detektor in einem bestimmten Winkel gemessen werden, gewichtet werden. Dies führt zu einem mathematischen Matrix-Algorithmus, der aufgrund der Kenntnis der Detektorcharakteristika und der theoretischen Beugungsmuster kugelförmiger Partikel zur gesuchten Partikelgrößenverteilung führt.

#### Auswertung nach MIE

Wenn die Partikel in der Größenordnung der Wellenlänge des Lichts oder kleiner sind, müssen die optischen Eigenschaften der Partikel und der Flüssigkeit berücksichtigt werden. Die Streulichtmuster entstehen in diesen Fällen nicht mehr vorwiegend aus der reinen Beugung des Laserlichts am Partikelrand. Die MIE-Theorie implementiert alle Vorgänge, d.h. die Beugung, Absorption, Emission und Brechung.

Die Beugungsintensität  $I$  einer monodispersen Partikelmenge hängt im Rahmen der MIE-Theorie ab von

- der Ausgangslichtintensität  $I_0$
- der Wellenlänge  $\lambda$
- dem Verhältnis  $x$  von Teilchenumfang ( $2\pi r$ ) zur Wellenlänge  $\lambda$
- dem komplexen Brechungsindex  $k$  (mit Realteil und Absorptionskoeffizienten als Imaginärteil)
- Abstand  $R$  vom Kugelzentrum

$$I(\alpha) = f(I_0, \lambda, x, R, k, \alpha)$$

Mit dieser Funktion der Lichtintensität, infolge der genannten Vorgänge am und auch im Partikel, sind die Anforderungen an die Anwendung dieser Theorie gegeben. Ohne die Kenntnis des Brechungs- und des Absorptionsindex (komplexer Brechungsindex) führt die MIE-Theorie zu unsicheren Ergebnissen. Für Stoffgemische ist die MIE-Theorie quasi nicht sinnvoll anwendbar.

# Probennahme, Probenteilung, Dispergierung und Messung von Partikelgröße und Partikelform

Zweck der Charakterisierung von Einzelpartikeln und Partikelkollektiven ist es meist, eine Ordnung dahingehend zu treffen zu können, dass Proben mit Produkteigenschaften korreliert werden. Insbesondere die Partikelgröße, aber immer häufiger auch die Partikelform, sind dabei gebräuchliche und wichtige Unterscheidungskriterien. Oft besteht ein Zusammenhang zwischen der Partikelgröße und speziellen Anwendungseigenschaften eines Rohstoffes oder Endproduktes. Unregelmäßig geformte Partikel lassen sich durch Angabe eines Längenmaßes zwar nur eingeschränkt, aber für die Produktbewertung trotzdem oft sinnvoll beschreiben. In jedem Fall sollte angegeben sein, mit welchem Messverfahren und mit welchen Messparametern eine Analyse durchgeführt wurde.

## Probennahme und Probenteilung

Die repräsentative Probennahme ist die Grundvoraussetzung für repräsentative Partikelgrößenanalysen. Dabei muss die Probenmenge die Gesamtmenge abbilden d.h. die Probenmenge muss die gleiche Partikelzusammensetzung wie die Gesamtmenge haben. Probenteiler sind empfehlenswert, um repräsentative Teilproben zu erhalten. Zum Erhalt kleiner Probenmengen für Partikelgrößenmessungen haben sich Mikroriffler bewährt. Der bereits vor einer Partikelgrößenanalyse eingebrachte Fehler setzt sich zusammen aus dem Probennahmefehler und dem Dispergierfehler.

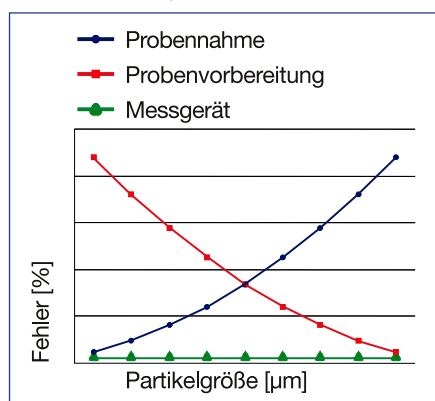


Abbildung 5 Fehlerabschätzung bei Probennahme, Probenteilung und Messung

In Abbildung 5 ist schematisch dargestellt, wie sich Fehler bei Probennahme und Probenteilung im Verhältnis zum Messfehler auf die Gesamtaussage auswirken können. Während der Messfehler des Lasergranulometers über dem gesamten Messbereich klein und relativ konstant ist, steigt der po-

tentielle Dispergierfehler bei kleinen Partikeln an. Möglichkeiten für eine Vermeidung von Dispergierfehlern werden im folgenden Kapitel vorgestellt. Der Probennahmefehler steigt hingegen mit dem Partikeldurchmesser an. Bei grobkörnigen Feststoffen liegt fast immer eine Entmischung der verschiedenen Korngrößenklassen vor, bei kleineren Korndurchmessern ist die Gefahr der Entmischung geringer. Da die Probenteilung teilweise zeitaufwendig sein kann, findet sie oft Gering-schätzung. Spätestens bei fehlerhaften Messergebnissen, die mit praktischen Befunden nicht korrelieren, oder während zeitaufwendiger Fehlersuche erweist sich eine durchgeführte Probenteilung oder zumindest das Vorhandensein eines Klein volumenprobenteilers für die Partikelgrößenanalyse als sehr vorteilhaft. Um Probennahmefehler für Korngrößenanalysen zu vermeiden bietet sich der Einsatz eines QUANTACHROME-MICRO-RIFFLER an, mit dem bis auf Teilmengen im Milligrammbereich heruntergeteilt werden kann. Der QUANTACHROME-MICRO-RIFFLER genügt damit auch den Ansprüchen von Validierungen und Laborakkreditierungen, wo zu Recht oft kritische Fragen nach Probennahme und Probenteilung gestellt werden.

## Probendispergierung als Grundlage repräsentativer Messergebnisse

Die Probenvorbereitung zur Partikelgrößenanalyse entscheidet oft darüber, ob Körner als Einzelpartikel oder als Agglomerat erfasst und entsprechend bewertet werden. Für die meisten Aufgabenstellungen sind die Einzelpartikelgrößen gefragt. Sollen Agglomeratgrößen bestimmt werden, so ist eine Probendispergierung mit Ultraschall vor dem Messvorgang zu vermeiden. Zur Bestimmung der Primärpartikelgrößenverteilungen sind vorliegende Agglomerate zu zerstören und Bedingungen zu schaffen, so dass die Primärpartikel einen gewissen Abstand zueinander haben und beibehalten, um als Einzelpartikel detektiert zu werden. Der Laserstrahl soll am Einzelpartikel gebeugt und danach ungehindert zum Detektor gelangen. Aus diesem Grund ist der Konzentrationsbereich der klassischen Laserbeugung begrenzt. Zu hohe Konzentrationen an Partikeln führen zu Mehrfachbeugungen und verfälschen die Ergebnisse. Andererseits verringern zu niedrige Konzentrationen die Messauflösung, wenn sich die Messsignale (Lichtintensitäten auf den einzelnen Detek-

toren) zu sehr den Signalen einer Leer- bzw. Hintergrundmessung annähern. Für viele Proben ist es bei den meisten Anwendungen (z. B. Keramik, Geologie, Baustoffkunde, Lebensmitteltechnologie u.v.a. Bereiche) mit CILAS-Laserbeugungsgeräten möglich, dass bei einem Flüssigkeitsvolumen von ca. 500 ml eine Probenkonzentration verwendet wird, die einen Kompromiss zwischen

- Mindestkonzentration für das Messverfahren,
- maximale Konzentration für das Messverfahren und
- eine repräsentative Probemenge darstellt.

Die Antwort auf die Frage, warum manche Anwender der Laserbeugungsmethode bei ausreichend verfügbarer Probe nur ganz geringe Mengen im Milligrammbereich einsetzen, muss der Autor seinen Leserinnen und Lesern überlassen.

QUANTACHROME setzt nur in den Fällen, in denen

- sehr geringe Mengen an Proben vorhanden sind,
- die Proben sehr teuer oder giftig sind,
- sehr spezielle Flüssigkeiten zur Messung verwendet werden müssen,
- oder zwischen zwei Flüssigkeiten oft gewechselt werden muss

auf die sogenannte Small Volume Cell (S.V.C.). In allen anderen Fällen, auch bei Gerätevorführungen sowie Test- und Auftragsmessungen, setzen wir auf die Analyse repräsentativer Probenmengen im Sinne repräsentativer Messergebnisse.

## Nassdispergierung

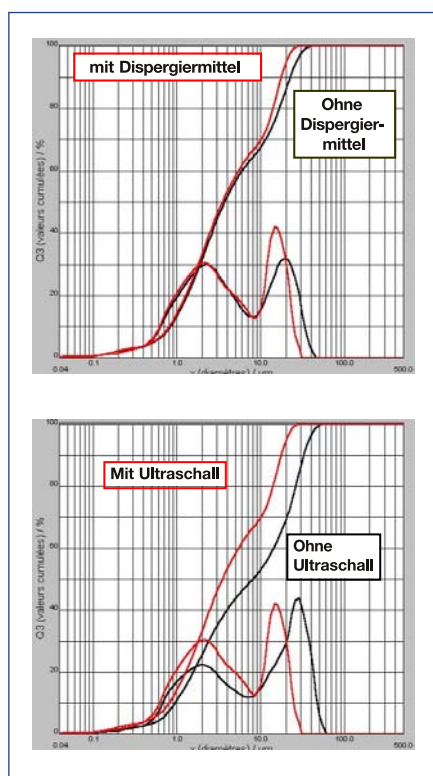
Jede Dispergiermethode hat Vor- und Nachteile und so hängt deren Einsatz maßgeblich von der Probenart, vom Partikelgrößenbereich und auch von der Aufgabenstellung ab. Sehr viele Anwendungen sprechen für die Nassdispergierung, wie die Untersuchung von Suspensionen, Schlickern oder Emulsionen und von sehr feinen Pulvern.

Die Nassdispergierung bietet folgende Möglichkeiten der Optimierung in Bezug auf eine spezielle Aufgabenstellung:

- Variation der Flüssigkeit bei speziellen Anwendungen (z. B. Verwendung von Isopropanol für Baustoffproben und andere nicht in Wasser zu messende Proben mit vollautomatischer CILAS-Alkoholaufbereitungsanlage)
- Variation der Art des Dispergiermittels
- Optimierung der Menge des Dispergierhilfsmittels
- Wahl der notwendigen Ultraschallstärke
- Optimierung der Ultraschalldauer.

In Abbildung 6a und 6b (siehe Seite 6) ist dies beispielhaft für das Dispergierhilfsmittel und die Ultraschallbehandlung verdeut-

licht. In Wasser ohne Dispergierhilfsmittel misst man teilweise Agglomerate, ebenso ohne Ultraschallbehandlung. In Wasser mit Dispergierhilfsmittel und infolge Ultraschallbehandlung wurden die Primärkörner voneinander getrennt. Diese Variabilität macht die Nassdispergierung nicht kompliziert, sondern bietet die Möglichkeit, auf vielfältige Aufgabenstellungen reagieren zu können und für alle Probengruppen optimale Messergebnisse zu erhalten. Jedes CILAS-Lasergranulometer besitzt für die Nassdispergierung ein eingebautes Ultraschallbad und kann zusätzlich mit Ultraschallstab größerer Leistung ausgerüstet werden, um durch höheren Energieeintrag Agglomerate in ihre Primärkörner zu zerlegen. Exzellente ist die Möglichkeit der Ultraschallbehandlung von Dispersionen während (!) der Messung ohne Einbringen von Luftblasen. Hier zeichnet



**Abbildung 6** Optimierung der Dispergierung: Mögliche Einflüsse des Dispergiermittels (6a) und der Ultraschallbehandlung (6b)

sich die CILAS-Dispergiertechnik deutlich gegenüber anderen Laserbeugungsgeräten aus und ermöglicht so auch die Bewältigung schwierigster Messaufgaben.

Dispergierhilfsmittel werden meist in wässrigen Dispersionen verwendet. Für manche Probenarten wird vorher ein Benetzungsmittel angewendet. Auf diese Weise können auch hydrophobe Pulver, wie Graphit, Ruß, Pulverlack und Aktivkohlen, nicht nur in Isopropanol sondern auch gut in Wasser gemessen werden. Bei Messungen in Wasser kann bei CILAS-Messtechnik oft Leitungswasser verwendet werden, so dass bei Anschluss an eine normale Wasserversorgung ein voll-



**Abbildung 7** CILAS-ARU (Alcohol Recycling Unit) als Standard für Messaufgaben in alternativen Flüssigkeiten

automatisches Arbeiten mit frei wählbaren Füll- und Spülzyklen gewährleistet ist. In jedem Fall sollte die Aufgabenstellung sorgfältig getestet werden. Bei Verdünnung von Suspensionen zur Messung sollte der Dispergierzustand möglichst nicht verändert werden, was jedoch nicht immer gelingt. Da die Dispergierprobleme in der Regel mit Verringerung des Partikeldurchmessers zunehmen, empfiehlt sich insbesondere für hochkonzentrierte Dispersionen von Nanopartikeln (wo die Laserbeugung an ihre Grenzen stößt) eine Analyse unter Originalbedingungen mit einem Spektrometer DT-1200, mit dessen Hilfe sowohl die Partikelgrößenverteilung der konzentrierten Dispersion als auch das Zetapotenzial als ein Maß der Oberflächenladungen bzw. des Dispergierzustandes ermittelt werden.

### CILAS-Dispergiertechnik ist bekannt für

- stabile reproduzierbare Messergebnisse,
- Unanfälligkeit gegenüber äußeren Einflüssen,
- blasenfreies Messsystem, keine Notwendigkeit des Abschneidens von luftblasenverfälschten Messkurven im Grobbereich,
- Möglichkeit der Ultraschallbehandlung von Proben auch während der Messung,
- Möglichkeit des Vermessens von Partikeln bis zu Dichten von 20 g/cm<sup>3</sup> als Nassmessung,
- Messungen mit ausreichenden Probenmengen (repräsentative Messungen).

Bei Verwendung von Isopropanol für Messungen von wasserlöslichen oder sich in Wasser verändernden Partikeln, z. B. im Baustoffbereich, kann mit der CILAS-Alkoholaufbereitungsanlage der Flüssigkeitsverbrauch um 97 % gesenkt werden. Dabei muss nicht auf den Komfort der Gerätebedienung mit vollautomatischen Füll- und Spülzyklen verzichtet werden, da mit dieser Aufbereitungsanlage weit mehr als 1000 Messungen durchgeführt werden, ohne den Alkohol wechseln zu müssen oder die Anlage zu reinigen (Abbildung 7).

### Trockendispergierung

Die Trockendispergierung ist dann vorteilhaft, wenn keinerlei Dispergierprobleme zu erwarten sind. Hierüber sollte man sich jedoch auch für zukünftige Aufgaben sicher sein oder aber sich für ein Messgerät mit

**Nass**

Ein Mausklick  
→ weniger als  
eine Sekunde!

**Trocken**

Keine Hardwaremodifizierungen notwendig!

**Abbildung 8** CILAS-Lasergranulometer im Einsatz: Umschaltung zwischen exzellenter Nass- und neuentwickelter DJD-Trockendispergierung mit einem einzigen Mausklick!



Abbildung 9 Das innovative CILAS-Konzept für die Trockendispergierung: Die neue DJD

Nass- und Trockendispergierung entscheiden. Bei der Trockendispergierung ist wie bei der Nassmessung dafür zu sorgen, dass (zur Lösung der meisten Aufgabenstellungen) die Haftkräfte zwischen den Partikeln überwunden werden und dafür gesorgt wird, dass die Primärpartikel zwischen Dispergierung und Messung nicht wieder agglomerieren.

**Die neueste CILAS-Entwicklung auf dem Gebiet der Trockendispergierung ist die DJD (Dry Jet Dispersion)-Technologie.**

Sie gestattet das einfache Vermessen von trockenen Proben durch Einstellung eines konstanten Volumenstroms, der durch eine Venturidüse geführt wird. Für sehr grobe Partikel größer 500 µm ist die Messung in einer Fallrinne möglich. Mit dieser Trockendispergierereinheit bieten CILAS-Lasergranulometer

- für **Nassdispergierung**: Integriertes Ultraschallbad oder bei Notwendigkeit auch einen leistungsfähigen Ultraschallstab, so dass auch eine Ultraschallbehandlung der Proben während der Messung (!) in wässrigen Suspensionen zur optimalen Probendispergierung möglich ist,
- für **Trockendispergierung**: neuentwickelte DJD-Option entsprechend ISO 13320 mit konstantem Volumenstrom,
- als **Kombigerät Nass/Trocken**: Umschalten zwischen beiden Messmöglichkeiten Nass und Trocken durch einen einzigen Mausklick ohne jegliches Wechseln von Messzellen.

**Untersuchungen der Partikelform und Software**

Mit der Software **The Particle Expert** ist das komfortable Messen und Auswerten von Partikelgrößenverteilungen möglich. Die CILAS-Software ist übersichtlich und extrem bedienerfreundlich. Mit dem Software-Tool **ExpertGrab** zum automatischen Abspeichern der CCD-Kamera-Bilder können die Bilder der Partikel, welche durch die CCD-Kamera erfasst werden, automatisch erstellt und abgespeichert werden.

Die Software **ExpertShape** zur Auswertung der CCD-Kamera-Bilder gestattet die Auswertung von den Einzelpartikeln, die durch

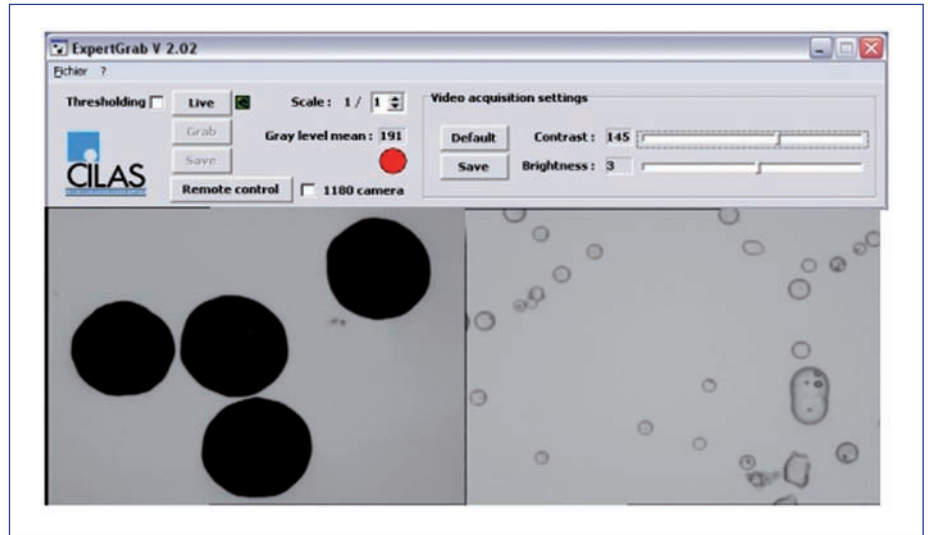


Abbildung 10 ExpertGrab, Software zum Abspeichern der Bilder

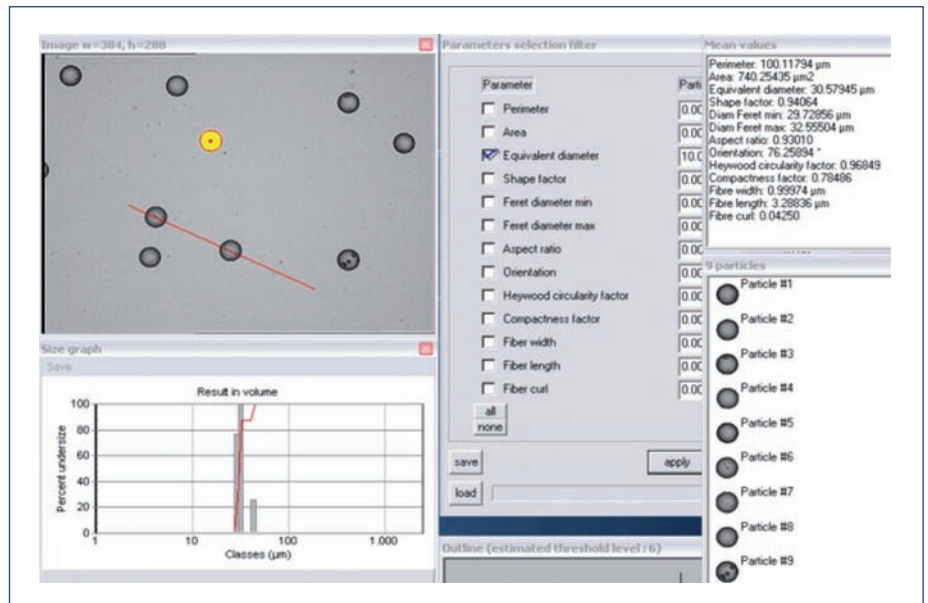


Abbildung 11 ExpertShape, berechnet alle Formparameter für die ausgewählten Einzelpartikel

die CCD-Kamera erfasst werden. Für die angewählten Partikel werden alle Formparameter angezeigt. Die ExpertShape-Software arbeitet gemäß der **Norm ISO 9276-6** (Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen – Teil 6: Deskriptive und qualitative

Darstellung der Form und Morphologie von Partikeln).

Das Software-Modul **ExpertReport** zur grafischen Darstellung der Messdaten ermöglicht die Erstellung benutzerspezifischer Ergebnisberichte.

## Umfassende Partikelanalyse durch Kombination verschiedener Messverfahren

Die Begriffe „Partikelmesstechnik“ oder „Partikelanalyse“ werden manchmal verengt auf die Messung der Partikelgröße, ein ohne Zweifel sehr wesentlicher Parameter zur Charakterisierung von feindispersen Stoffsystemen. Es gibt jedoch verschiedene Gründe, neben eine Partikelgrößenbestimmung andere Messverfahren zu stellen, um eine umfassendere Charakterisierung von feinteiligen Feststoffen durchzuführen.

In der Praxis ist es möglich, dass ähnliche Partikelgrößenverteilungen vorliegen, sich Proben in einem Prozess dennoch sehr unterschiedlich verhalten. Insbesondere im Nanometerbereich

Parameter	Messverfahren	Verwendete Messgeräte
Partikelgrößenverteilung (0,04 – 2500 µm)	Laserbeugung	CILAS 1180, CILAS 1064
Partikelgrößenverteilung (> 5 nm)	Akustospektrometrie	DT-1200, DT-100
Partikelform	Mikroskopie in Verbindung mit Laserbeugung	CILAS 1180 mit CCD-Kamera und optionalem Videomikroskop
BET-Oberfläche, Mikro- und Mesoporen-verteilung	Gassorption	NOVA 2200, AUTOSORB-1-MP
Meso- und Makroporenverteilung	Quecksilberporosimetrie	POREMASTER 60 GT
Dichte	Gaspyknometrie	ULTRAPYCNOMETER-1000T
Zetapotenzial	Elektroakustik	DT-1200, DT-300

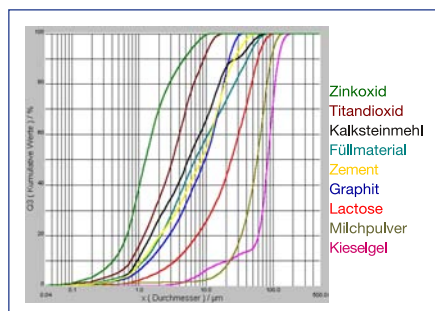
**Tabelle 3** Ermittelte Parameter, angewendete Messverfahren und Messgeräte für die umfassende Partikelcharakterisierung

können alternative Messverfahren im Rahmen der Qualitätskontrolle auch als preiswerte Alternative zur Partikelgrößenmessung dienen. Für diverse Austauschprozesse spielt oft die spezifische Oberfläche eine Rolle. Diese hängt zwar von der Feinheit der Probe ab, daneben wird sie jedoch maßgeblich von der Porosität und Rauigkeit der Partikel sowie der Partikelform bestimmt. Neben der Partikelgrößenbestimmung und der Ermittlung der spezifischen Oberfläche kann eine umfassendere Porenanalytik wichtige Hinweise auf mögliche Mechanismen von Vorgängen geben.

Für die nachfolgenden Untersuchungen wurden die in Tabelle 3 angegebenen Messverfahren angewendet. Die beiden Methoden zur Partikelgrößenanalyse wurden dort eingesetzt, wo sie physikalisch ihre besonderen Stärken haben: die Laserbeugungsmethode im Mikrometerbereich und die akustische Spektroskopie im Nanometerbereich.

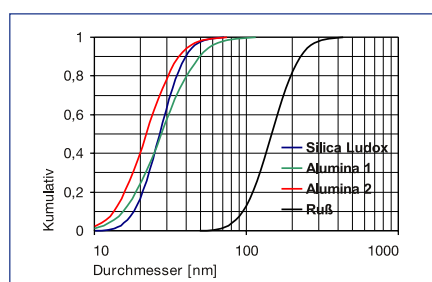
### Untersuchte Feststoffproben und Messergebnisse

Es wurde eine Reihe sehr unterschiedlicher Feststoffe untersucht, von Lebensmittelproben bis hin zu Baustoffen. Der Partikelgrößenbereich erstreckte sich vom Nanometer bis weit in den Mikrometerbereich. Für die Anwendung der Laserbeugung wurde für die Messungen in Wasser das Dispergiermittel Natriumpolyphosphat verwendet. Abbildung 12 zeigt die Anwendbarkeit der Messtechnik auf Proben sehr unterschiedlicher Herkunft. Die entsprechenden Messungen erfolgten



**Abbildung 12** Messungen mit dem CILAS 1064L: Partikelgrößenverteilungen unterschiedlichster Probenarten

für Titandioxid, Kalksteinmehl, Zement, Kieselgel, Zinkoxid, Graphit, Lactose und Milchpulver. Die untersuchten Nanopulver wurden mittels akustischer Spektroskopie charakterisiert. Für alle Proben wurde sowohl die spezifische geometrische Oberfläche aus den Korngrößenverteilungen unter Annahme glatter kugelförmiger Partikel berechnet, als auch die spezifische Oberfläche nach der BET-Methode aus Gasadsorptionsmessungen durchgeführt.



**Abbildung 13** Summenkurven der Partikelgrößenverteilungen aus der Akustikspektroskopie mittels DT-1200

Die ermittelten Parameter der Feststoffe, deren Korngrößenbestimmung mittels CILAS-Lasergranulometer erfolgte, sind Tabelle 4 zu entnehmen. In Tabelle 5 sind die Nanopulver aufgenommen, deren Partikelgrößenbestimmungen durch akustische Messungen in konzentrierten Dispersionen (jeweils 10 Vol.-%) erfolgten. Die akustische Methode zeichnet sich gerade dadurch aus, dass nanoskaline Proben in Originalkonzentration und ohne besondere Probenvorbereitung gemessen werden können. Die Oberflächen aus den Tabellen 4 und 5 sind einerseits aus den gemessenen Partikelgrößenverteilungen mit den gemessenen Feststoffdichten unter Annahme glatter kugelförmiger Partikel und andererseits als BET-Oberflächen aus Gasadsorptionsdaten berechnet. Das Verhältnis zwischen der gemessene BET-Oberfläche zur geometrischen Oberfläche, die aus der Partikelgrößenverteilung resultiert, ist den jeweils letzten Spalten der Tabellen zu entnehmen. Berechnet wurde der Quotient aus beiden Oberflächen, der in jedem Fall größer 1 gefunden wurde, da die BET-Oberfläche

in allen Fällen größer ist als die berechnete geometrische Oberfläche.

Bei Betrachtung der Anteile der geometrischen Oberflächen an den gemessenen BET-Oberflächen findet man in allen Fällen deutliche Abweichungen von 100%, d.h. von einer glatten Kugelform der Partikel. Das untersuchte Füllmaterial und das Milchpulver zeigen die geringsten Abweichungen, der Faktor ist nahe 1, und deuten damit auf relativ glatte kugelförmige Partikel hin. Auch Zementpulver und Kalksteinmehl, Lactose sowie die untersuchten Nanoproben Silica und Alumina zeigen einen relativ hohen Anteil der berechneten geometrischen Oberfläche an der Gesamtoberfläche. Diese Proben führen zu einem Faktor zwischen 1 und 3 und lassen sich mit Oberflächenrauigkeiten und relativ geringen Abweichungen der Partikelform von der Kugelform erklären. Bestätigt wird dies auch durch die kleinen BET-Oberflächen und die für unporöse Feststoffe charakteristische Form der Adsorptionsisothermen, welche mit dem Sorptionsmessgerät NOVA 2200e ermittelt wurden.

Andere untersuchte Mikrometerpulver zeigen wesentlich größere Unterschiede zwischen den unterschiedlich berechneten Oberflächenwerten. Am extremsten äußert sich dies beim Kieselgel, bei dem die geometrische Oberfläche nur 0,1 % der Gesamtoberfläche beträgt, der Faktor also größer als 1000 ist. Derartig große Unterschiede, wie sie auch beim Titandioxid auftreten, lassen sich i.d.R. nur mit einer ausgeprägten Porosität erklären, wobei die Faktoren von 1 bis „unendlich“ gehen können. Gasadsorptionsmessungen zeigen für Kieselgel und Titandioxid sogenannte Typ IV-Isothermen und Porenmaxima bei 20 nm bzw. 35 nm. Eine dritte Erklärungsmöglichkeit für Oberflächendifferenzen finden wir bei dem untersuchten Ruß und insbesondere beim Graphit. Betrachten wir den Graphit mit einem Faktor von 15, der sich in dieser Größenordnung auch durch Porosität erklären ließe: Die Messungen mit dem **Quecksilberporosimeter PORE-**



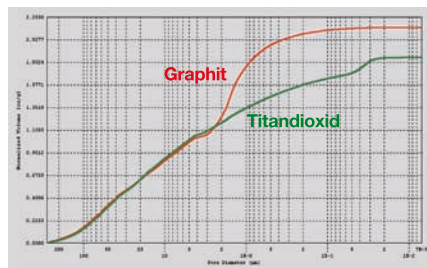
	Partikelgröße			Dichte	Oberfläche		
	CILAS (Isopropanol)			(UltraPyc)	berechnet aus PGV „geometr.“	BET (NOVA)	Faktor BET zu geom. OF
	d10 [µm]	d50 [µm]	d90 [µm]	[g/cm³]	[m²/g]	[m²/g]	[-]
Zement	1,11	<b>8,70</b>	26,85	3,02	0,72	<b>1,75</b>	2,4
Kalksteinmehl	0,95	<b>5,51</b>	29,45	2,74	0,92	<b>1,41</b>	1,5
Füllmaterial	1,18	<b>6,99</b>	41,63	2,38	0,96	1,04	1,1
Kieselgel	21,54	<b>84,22</b>	121,63	2,30	0,07	<b>114,01</b>	1630
Titandioxid	0,76	<b>3,31</b>	9,39	4,23	0,89	<b>51,09</b>	57
Zinkoxid	0,42	<b>1,26</b>	4,77	5,60	1,23	<b>5,33</b>	4,3
Graphit	1,43	<b>9,74</b>	22,43	2,27	0,81	<b>10,71</b>	13
Lactose	3,5	<b>24,16</b>	59,76	1,58	0,55	1,36	2,5
Milchpulver	23,07	<b>58,15</b>	94,2	1,73	0,22	<b>0,26</b>	1,2

**Tabelle 4** Mikrometerpartikel: Partikelgröße, Dichte und spezifische Oberfläche

**MASTER-60 GT** (Abbildung 14) ergeben ein ausgeprägtes Porenmaximum zwischen 1 und 2 µm, deutlich kleinere Poren werden auch durch Gasadsorption nicht gefunden. Ist es plausibel, dass durchschnittlich 10 µm große Graphitkugeln von 1,5 µm-Poren so durchzogen sind, dass die geometrische Oberfläche um den Faktor 15 erhöht wird? Hier sollte eher daran gedacht werden, dass Kohlenstoffmaterialien oft (nicht immer!) als plättchenförmige Partikel vorliegen. Eine Überschlagsrechnung zeigt, dass 1 g Graphitplättchen mit Kantenlängen 10 µm x 10 µm x 0,5 µm bereits eine geometrische Oberfläche von mehr als 2 m²/g besitzt, während die geometrische Oberfläche von 1 g Graphitkugeln mit einem Durchmesser von 10 µm nur 0,26 m²/g beträgt. Diese Interpretation erklärt auch das Porenmaximum im unteren Mikrometerbereich als Füllung des Zwischenkornvolumens zwischen den plättchenförmigen Partikeln.

### Fazit

Partikelgrößenanalysen sind zweifelsohne ein wesentliches Werkzeug zur Charakterisierung von feinteiligen Feststoffen. Trotzdem ermöglichen Partikelgrößenbestimmungen allein oft nicht die zufriedenstellende Beantwortung aller relevanter Fragestellungen. Viele Austauschprozesse hängen von der zugänglichen Oberfläche ab, insbesondere bei sehr feinen Partikeln, so dass andere



**Abbildung 14** Messung mit dem Quecksilberporosimeter POREMASTER-60 GT

Messverfahren eine Alternative oder Ergänzung zur Partikelgrößenbestimmung sein können:

1. Insbesondere die Bestimmung von BET-Oberflächen poröser Pulver bietet sich für verschiedene Aufgabenstellungen als Ergänzung oder gar als Ersatz von Partikelgrößenmessungen an. Für die Charakterisierung der Feinheit von Nanopulvern und für die Verfolgung des Fortschritts in einem Mahlprozess können BET-Messungen als preiswerte Alternative bedacht werden.
2. Vor der Berechnung von spezifischen Oberflächen aus Partikelgrößen und umgekehrt sei gewarnt, solange nicht weitere Informationen über Porositäten oder andere Informationen oder Relationen zu relevanten Partikelparametern vorliegen.
3. Die Partikelform bestimmt die spezifische Oberfläche entscheidend mit. Da de-

ren Bestimmung entweder zu aufwendig oder wegen der Unterschiedlichkeit der Einzelpartikel einer Probe nicht sehr gewinnbringend ist, kann ein Satz von Stoffparametern, wie Partikelgrößenverteilung, Dichte, BET-Oberfläche und Porenvolumen, ein wichtiges Werkzeug für die Bewertung von Proben sein.

4. In jedem Fall bleibt die Partikelgrößenbestimmung eine wesentliche Grundlage für die Bewertung vieler Ausgangsstoffe, Endprodukte oder Prozesse. Mit den CILAS-Lasergranulometern steht exzellente Dispergier- und Messtechnik für Korngrößenmessungen zur Verfügung. CILAS hat die Laserbeugung vor fast 40 Jahren als Messmethode eingeführt und steht als Marktführer bei Lasertechnik allgemein nach wie vor für hohe Qualität bei der Umsetzung in Laserbeugungsmessgeräte zur Partikelanalyse.
5. Die Spektrometer der DT-Serie von DISPERSION TECHNOLOGY, insbesondere das Kombi-Gerät DT-1200, bieten ergänzend die Bestimmung von Zetapotenzial und Partikelgröße von Dispersionen ohne Verdünnung (bis 50 Vol-%, testen Sie es!), insbesondere auch im Nanometerbereich, und gestattet so unverfälschte Aussagen über den Originalzustand von Dispersionen.
6. Mit den Analysegeräten TURBISCAN und HORUS von FORMULACTION werden weitere Informationen zu flüssigen Dispersionen gewonnen: Die Stabilitätsuntersuchung von konzentrierten und auch lichtundurchlässigen Proben ohne jedwede Krafteinwirkung (und damit ohne potentielle Veränderung der Probe!) sowie die optische Untersuchung des Trocknungsverhaltens von dünnen Schichten schließt für viele Anwendungen eine Lücke zwischen der Partikelgrößenmessung durch Laserbeugung und der Korrelation solcher Messungen mit Untersuchungsergebnissen von Proben in Originalkonzentration.

	Partikelgröße			Dichte	Oberfläche		
	Akustospektrometrie mit DT-1200			(UltraPyc)	berechnet aus PGV „geometr.“ (d50)	BET (NOVA)	Faktor BET zu geom. OF
	d16 [nm]	d50 [nm]	d84 [nm]	[g/cm³]	[m²/g]	[m²/g]	[-]
Silica Ludox	19,9	28,0	36,6	2,17	98,7	161,1	1,6
Alumina 1	17,6	27,1	43,2	3,05	72,6	145,7	2,0
Alumina 2	13,0	21,9	32,13	3,01	91,0	207,1	2,3
Ruß	105,2	146,7	206,9	1,82	22,5	65,3	2,9

**Tabelle 5** Nanopartikel: Partikelgröße, Dichte und spezifische Oberfläche

# 40 Jahre CILAS: High-Tech-Lasertechnik

Die Firma CILAS wurde vor 40 Jahren als Unternehmen der Lasertechnik gegründet. Mit der Einführung der Laserbeugungsmethode in einem kommerziellen CILAS-Messgerät im Jahre 1968 begann der Siegeszug der Lasergranulometrie als eine Standardmethode für die Korngrößenanalytik. Die Abbildung mit 4 CILAS-Lasergranulometern zeigt einen Teil der Entwicklung: Links oben eines der ersten Modelle, das CILAS 227. Mehr als 25 Jahre alt ist das abgebildete Gerät noch heute funktionsfähig- das ist CILAS-Qualität! Die Datenverarbeitung mit Ablesen der Intensitätswerte, Eingabe in eine Software und anschließender Auswertung ist natürlich fern von heutigen Ansprüchen. Mit dem CILAS HR 850 (rechts oben) ist die Auswertung bereits komfortabler, jedoch noch nicht mit der bedienerfreundlichen CILAS Expert-Software. Die unten abgebildeten Modelle CILAS 1064 und CILAS 1180 verdeutlichen die Weiterentwicklung: Größere Messbereiche, höhere Auflösung, bedienerfreundliche PC-Software mit vielen Möglichkeiten und die Ergänzung durch die neueste Trockendispergiereinheit DJD.

Die Entwicklung der Messgeräte hat natürlich in den letzten 20 Jahren, auch infolge des Durchbruchs der Computertechnik, nicht stillgestanden. CILAS hat in dieser Zeit eine Palette von Partikelanalysatoren entwickelt,

welche die traditionellen CILAS-Stärken (kurze robuste optische Bank, stabile Messergebnisse infolge exzellenter Dispergiertechnik u.a.) mit Neuentwicklungen (Videomikroskop mit Particle Shape Software u.a.) hervorragend kombiniert. Einige wesentliche Stärken der CILAS-Lasergranulometer seien hier aufgeführt. Überzeugen Sie sich bei einer Gerätevorführung vor einer Neuanschaffung oder im Rahmen unserer Seminarveranstaltungen selbst von Gerätemerkmalen, die ihre Stärken bei der Dispergierung und Partikelgrößenanalyse von realen Proben ausspielen.

#### CILAS steht für:

- Partikelgrößenbestimmung nach ISO 13320
- Laserdioden: keine Warmlaufphase, hohe Lebensdauer
- Laserbeugung basierend auf den Theorien nach FRAUNHOFER und MIE
- unterschiedliche Messbereiche der CILAS-Lasergranulometer, CILAS 930e von 0,2 bis 500  $\mu\text{m}$ , CILAS 1064 von 0,04 bis 500  $\mu\text{m}$  und CILAS 1180 von 0,04 – 2,500  $\mu\text{m}$
- Kurze optische Bank (kein Temperatureinfluss, platzsparend): Messbereiche sind durchgehend, ohne Umschaltung, ohne Linsenwechsel oder Justierung

- Ein-, Zwei- oder Drei-Laser-Technologie für höchste Auflösung und großen Messbereich
- CILAS 1180 mit zusätzlicher CCD-Kamera, optionales Videosystem für alle CILAS-Granulometer
- "2 in 1" System, Umschaltung zwischen Trocken- und Nassmessung nur mit einem "Mausklick"
- exzellente Probendispergierung mit ausgefeiltem Design von Rühr- und Pumpsystem
- keine typische Problematik von Luftblasen im Grobbereich, auch nicht bei Anwendung von Ultraschall während der Messung
- sehr einfach zu bedienende mehrsprachige WINDOWS-Software
- 21 CFR Part 11 Version der Software für die Pharmaindustrie
- Vollautomatische Messung mit Standardarbeitsvorschriften (SOPs) inklusive Ultraschall, Verdünnung, Spülung, Ausdruck...
- WINDOWS kompatible Software "The Size Expert" in deutscher Sprache
- erfahrener Messgerätehersteller, 1968 erstes Laserbeugungsgerät auf dem Markt
- sehr große Anzahl zufriedener Kunden u.a.



Historische Entwicklung exzellenter Korngrößenmesstechnik: CILAS 227, CILAS HR 850, CILAS 1064 und das neueste Modell CILAS 1180 mit DJD

#### Optionen zu den CILAS-Messgeräten:

- Kleinvolumeneinheit für geringe Probenmengen
- Autosampler für bis zu 28 Proben
- Videomikroskop und CCD-Kamera zur Bestimmung der Partikelform
- Online-Dispergiermittelaufbereitung z.B. für Messungen in Isopropanol in der Baustoffindustrie
- Automationsmodul zur On-Line Messung

# Die Weltneuheit:

## HORUS Das neue Messgerät zur Charakterisierung des Trocknungsverhaltens von Schichten auf beliebigen Trägermaterialien

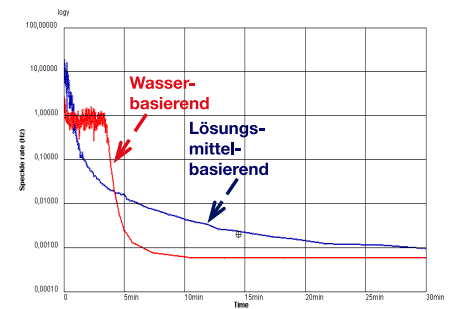
Mit dem **HORUS** hat die Firma FORMULAC-TION eine **Weltneuheit zur optischen Charakterisierung von dünnen Filmen und Beschichtungen** entwickelt. Erstmals ist es mit dem HORUS möglich, durch ein nicht-zerstörendes Messverfahren, das **Kurz- und Langzeit-trocknungsverhalten von Beschichtungen auf beliebigen Substraten** messtechnisch zu erfassen. Der zu untersuchende Film kann auf beliebiges Material aufgebracht und sofort untersucht werden. Dies ist ein wesentlicher Vorteil gegenüber bisherigen Messverfahren, die sich auf das Auftragen von Filmen auf Glas oder auf die Langzeitcharakterisierung beschränken.

Mit der HORUS-Innovation wird der Weg beschritten, das Trocknungsverhalten von Farben und Lacken, aber auch von Tinten, Harzen und anderen Beschichtungen, wie das Aushärten von Klebstoffen oder den Einfluss von Additiven, durch ein optisches Messverfahren zu untersuchen. Messtechnische Grundlage ist die natürliche Bewegung kleiner Partikel oder Tropfen in einer aufgetragenen Flüssigkeitsschicht. Diese Partikelbewegungen verursachen bei Einwirkung von Laserlicht Interferenzen des zurückgestreuten Lichts, welche in ihrer Gesamtheit sogenannte Speckle-Muster erzeugen. Die-

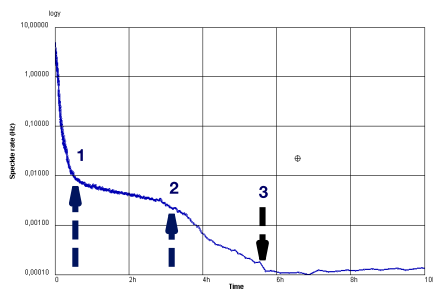
se weisen keine systematischen Strukturen auf, da sich die Partikel in der Flüssigkeitsschicht ungeordnet bewegen. Jedes Partikel ist Streuzentrum für das Laserlicht, wobei von den Partikeln Kugelwellen unterschiedlicher Phase ausgehen. Diese gestreuten Wellen führen zu Interferenzbildern auf dem Detektor, wobei zufällig verteilte Intensitätsminima und Intensitätsmaxima entstehen. Das HORUS-Prinzip nutzt die Eigenschaft, dass sich die Speckle-Intensitäten ändern, wenn sich Partikel oder Tröpfchen in der Beschichtung aufgrund von Trocknungsprozessen langsamer und letztendlich gar nicht mehr bewegen. Diese Änderung der Speckle-Rate wird mit der zum Patent angemeldeten **A.S.I.I.-Technologie (Adaptive Speckle Imaging Interferometry)** zur eigentlichen Charakterisierung der zeitabhängigen Trocknungsprozesse genutzt. Hierbei führt die zeitabhängige Speckle-Muster-Deformation zur quantitativen Speckle-Rate-Bestimmung als Maß für das Trocknungsverhalten der Beschichtung. So sind sowohl schnelle ( $< 1\text{ s}$ ) als auch langsame Trocknungsvorgänge (einige Tage) charakterisierbar.

Das HORUS-Analysegerät (Abbildung 2) besteht aus einer vibrationsfreien Platte und dem eigentlichen Messsystem, welches La-

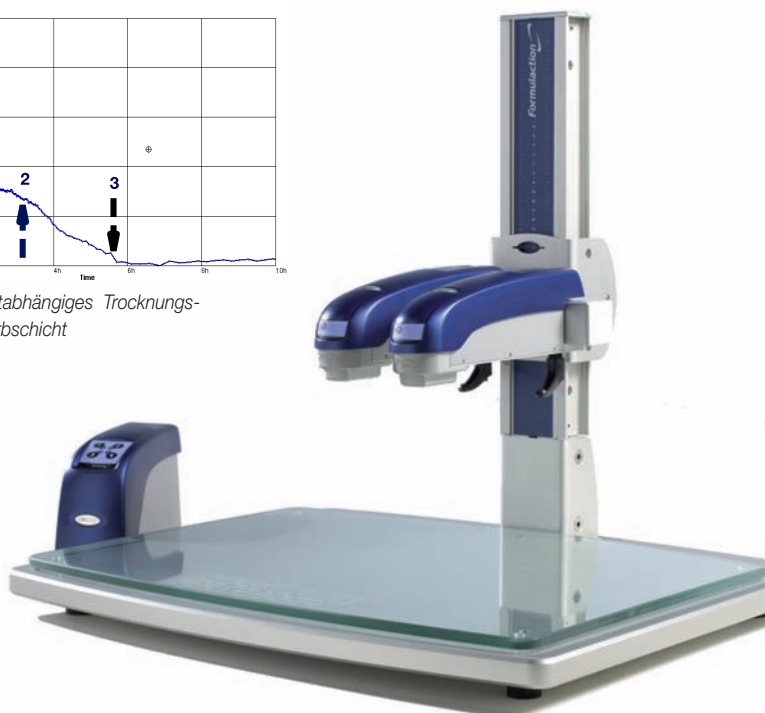
serlicht aussendet und die Speckle-Bilder erfasst. Ein beliebiges Trägermaterial kann unter die Messköpfe des HORUS-Analysesystems gebracht werden. Der zu untersuchende Film wird durch manuelle oder automatische Beschichtung aufgetragen und befindet sich während der Messung jeweils unter einem Messkopf. In der dargestellten Gerätekonfiguration wird ein HORUS-Analysesystem mit zwei Messköpfen verwendet. Auf diese Weise können zwei verschiedene Beschichtungen gleichzeitig charakterisiert und auch miteinander verglichen werden. Die Anzahl der Messköpfe ist beim HORUS von 1 bis 4 wählbar.



**Abbildung 3** Unterschiedliches Trocknungsverhalten von Lacken



**Abbildung 1** Zeitabhängiges Trocknungsverhalten einer Farbschicht



**Abbildung 2** Weltneuheit HORUS zur optischen Charakterisierung des Trocknungsverhaltens von Filmen

In Abbildung 1 erkennt man an der Messkurve der Speckle-Rate über die Zeit, wie sich das Trocknungsverhalten der untersuchten Farbe darstellt. Eingezeichnet sind die für eine Beschichtung charakteristischen Zeiten: Beim Zeitpunkt 1 haftet kein Staub mehr an der betreffenden Farbschicht, beim Zeitpunkt 2 ist die Farbschicht handtrocken und beim Zeitpunkt 3 hat sie ihre Trockenhärtigkeit erreicht.

Abbildung 3 zeigt das Kurzzeit-Trocknungsverhalten von wasser- und lösungsmittelbasierten Stoffsystemen. Solche Untersuchungen können mit dem HORUS-Analysesystem zur Erfassung unterschiedlicher kinetischer Trocknungsprofile führen und wesentliche Rückschlüsse für eine Optimierung der Stoffsysteme hinsichtlich des Einsatzes von Additiven zur Optimierung von Trocknungseigenschaften zulassen.

Weitere Informationen und Applikationsberichte zum **HORUS** und erhalten Sie durch entsprechendes Kreuz auf der beiliegenden Faxantwort.

# Das TURBISCAN-Prinzip: Exakte Stabilitätsuntersuchungen von Dispersionen im Originalzustand

Mit dem TURBISCAN (Abbildung 1) steht erstmals eine Messtechnik zur Verfügung, welche die Stabilität sowohl transparenter als auch lichtundurchlässiger flüssiger Dispersionen in Originalkonzentration charakterisiert.



**Abbildung 1** TURBISCAN LAB Expert: Stabilitätsanalyse von Dispersionen in Originalkonzentration und ohne Risiko auch bei lichtundurchlässigen Proben

Mit den Stabilitätsanalysatoren der TURBISCAN-Reihe ist eine Messtechnik gegeben, welche die Stabilität von Pigmentdispersionen, Kosmetika, unterschiedlichen Getränken und anderen Lebensmittel sowie einer großen Anzahl weiterer Flüssigdispersionen unter Originalbedingungen charakterisiert. Wichtige Vorgänge, wie Rahmbildung (Creaming), Agglomeration, Sedimentation, Gelbildung und Koaleszenz können mit dem TURBISCAN erkannt, gemessen und interpretiert werden. Vorteile liegen in der **Probenuntersuchung unter originalen Bedingungen, d.h. ohne jegliche Verdünnung und ohne das Einwirken jedweder zusätzlicher Kräfte.** Damit können die Ergebnisse des Turbiscan direkt mit den realen Lagerungszeiten der zu untersuchenden Produkte korreliert werden. Ergebnisse wie in Abbildung 2 führen sowohl zur Unterscheidung von stabilen und instabilen Proben als auch zur Interpretation der realen Vorgänge in den Dispersionen.

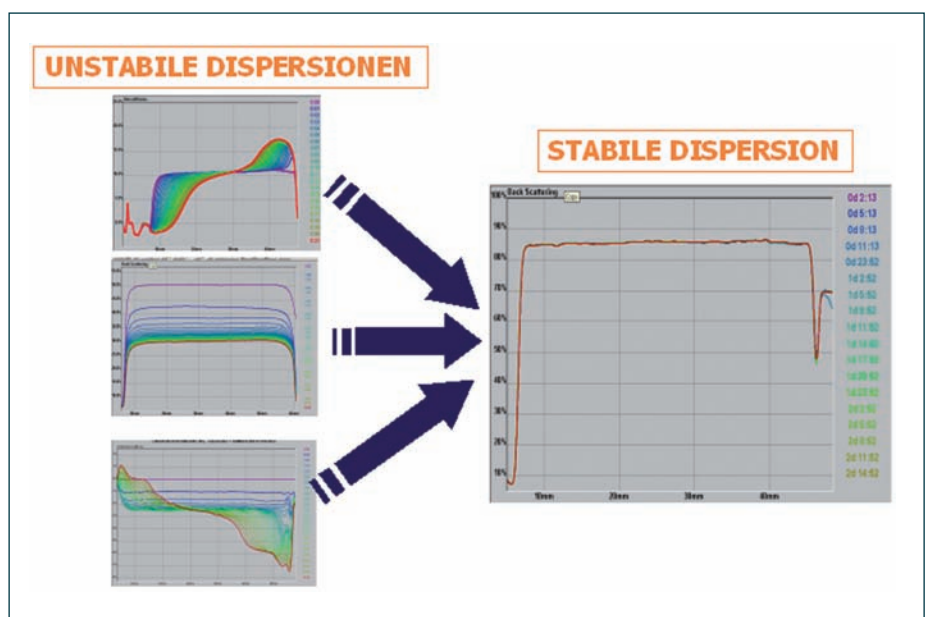
Nur ohne zusätzliche mechanische Kräfte auf die Komponenten von Flüssigdispersionen kann gesichert werden, dass sich die Probe völlig unbeeinflusst und entsprechend den unter normalen Lagerungsbedingungen ablaufenden natürlichen Vorgängen verhält. Es ist leicht nachzuvollziehen und lässt sich an Proben nachweisen, dass es infolge Kraf-

teinwirkung durch Zentrifugation bei Emulsionen zu einer Koaleszenz von Emulsionströpfchen kommen kann, die unter normalen Lagerungsbedingungen nicht auftritt. Auch die Trennung von schwereren und leichteren Partikeln in bi- oder multimodalen Partikelsystemen kann bei der Zentrifugation so erfolgen, dass eine Veränderung des Systems eintritt, welche unter normalen Lagerungsbedingungen so nicht stattfinden würde. Als drittes Beispiel sei die Zerstörung von Partikelnetzwerken in Dispersionen mit nachfolgenden Trenneffekten infolge Zentrifugation genannt, während unter natürlichen Lagerungsbedingungen derartige Netzwerke stabil sein können. Mit dem TURBISCAN-Messprinzip werden zusätzliche künstliche Kräfte auf die zu charakterisierende Lagerungsprobe und somit potentiell falsche Rückschlüsse bei der Interpretation von Messergebnissen vermieden. Zusätzlich zeichnen sich sowohl die einfachen TURBISCAN-Laborgeräte als auch die automatische TURBISCAN-Probenwechselstation TURBISCAN AGING STATION durch die Verwendung von Messzellengrößen aus, welche Randeffekte minimieren. Möglich ist dies durch das parallele Erfassen des durchgehenden und des rückgestreuten Lichtes. Mit dem TURBISCAN erfolgt also im Gegensatz zu anderen Messsystemen die Detektion von zeit- und orts aufgelösten

Veränderungen durch Messungen der Lichttransmission und Lichtrückstreuung. Durch eine Phasenseparation oder Verschiebung von Phasengleichgewichten verändert sich örtlich die Konzentration der dispergierten Phase. Damit verbunden ist die Änderung der Intensität des durchgehenden oder rückgestreuten Lichtes in Abhängigkeit von der Höhe im Lagerungsgefäß und im Verhältnis zur Intensität des eingestrahlten Lichtes. Durch die Erfassung des rückgestreuten Lichtes ist das Vermessen von lichtundurchlässigen Proben möglich. Eine Verdünnung solcher Proben oder die Verwendung sehr enger Messzellen mit der Gefahr des Überwiegens von Randeffekten ist beim TURBISCAN nicht notwendig.

## News

Per Faxantwort können Sie weitere Informationen zum TURBISCAN anfordern. Gerne stehen wir auch mit Gerätevorführungen, Test- und Auftragsmessungen zur Verfügung und verweisen auf unser **Seminar „Stabilität von Dispersionen und Trocknungsverhalten von dünnen Schichten“ am 15.11.2007 in Darmstadt.**



**Abbildung 2** Zeitabhängige Vorgänge in instabilen Dispersionen im Vergleich zu einer stabilen Dispersion, TURBISCAN-Messungen ohne zusätzliche Krafteinwirkung auf die Dispersionen

# Bestimmung von Partikelgröße im Submikrometerbereich und des Zetapotenzials von Dispersionen in hoher Konzentration

Die akustische und elektroakustische Spektrometrie ist die Alternativmethode zur Laserbeugung und besitzt ihre Stärke in den Analysegeräten von DISPERSION TECHNOLOGY insbesondere für die Charakterisierung von Partikeln in unverdünntem Zustand. Mit dieser Methode ist der Bogen zu Messmethoden geschlagen, mit denen Partikelcharakterisierungen in Originalkonzentration möglich sind. Durchmesser von wenigen Mikrometern und vor allem im Nanometerbereich sind das Standardgebiet für das akustische Messverfahren, bei dem aus der Ultraschallabschwächung durch eine Probe deren Partikelgrößenverteilung berechnet wird.

Damit wird eine Verdünnung der Probe unnötig und es ist ein Weg zur Online-Analytik gegeben, wo eine Dispersion kontinuierlich eine Messzelle durchströmen und unverändert in Originalkonzentration untersucht werden kann. Durch die Kombination von

akustischer Spektrometrie zur Partikelgrößenanalyse und elektroakustischer Methode zur Bestimmung des Zetapotenzials von Dispersionen in Originalkonzentration werden mehrere Partikelmerkmale parallel erfasst. Hervorzuheben sind die Möglichkeiten in Bezug auf die Partikelgrößenanalyse: Mit einem Messbereich bis 100 MHz sind die DT-Spektrometer sowohl im unteren Nanometerbereich als auch bei großen Partikeln im Submikrometerbereich vergleichbaren Messsystemen mit geringerem Frequenzbereich überlegen.

Bereits Modellrechnungen unterstreichen diese Aussage auch für die Flexibilität in Bezug auf den Konzentrationsbereich von Dispersionen. Zusätzlich verfügen die DT-Spektrometer über variable Abstände zwischen Ultraschallsender und Empfänger, wodurch eine hervorragende Flexibilität gegenüber unterschiedlichsten Feststoffen und Konzentrationsbereichen resultiert. Mit



Spektrometer DT-1200 zur Zetapotenzial- und Partikelgrößenbestimmung in konzentrierten Dispersionen

der Kombination von Zetapotenzial- und Partikelgrößenbestimmung in Originalkonzentration wird eine umfassendere Aussage zu praxisrelevanten Stoffsystemen erhalten. Weitere Informationen sowie Fachartikel und Applikationsberichte senden wir auf Wunsch gerne zu.

## News

## Neues von der QUANTACHROME GmbH & Co. KG

### Pressemitteilung vom Dezember 2006

QUANTACHROME, Odelzhausen, einer der führenden Anbieter von Partikelmesstechnik in verschiedenen europäischen Ländern mit Hauptsitz in Odelzhausen (D) hat die Gesellschaftsform geändert. Die Firmenumwandlung erfolgte in die QUANTACHROME GmbH & Co. KG. Die neue QUANTACHROME GmbH & Co. KG bleibt auch in Zukunft renommierter Anbieter von Analysegeräten, exzellentem Service und von Auftragsanalytik auf dem Gebiet der Charakterisierung von feindispersen und porösen Stoffsystemen. Mit der Umfirmierung in die QUANTACHROME GmbH & Co. KG scheidet der Firmengründer Karl-Jürgen Rath aus der Geschäftsführung des Unternehmens aus. Dr. Dietmar Klank, bisher zusammen mit Karl-Jürgen Rath Geschäftsführer der ehemaligen QUANTACHROME GmbH, übernimmt mit sofortiger Wirkung die alleinige Geschäftsführung der QUANTACHROME GmbH & Co. KG.

Dr. Dietmar Klank promovierte als Diplomchemiker 1992 an der Universität Leipzig auf dem Gebiet der Charakterisierung mikroporöser Feststoffe. Er ist seit 14 Jahren auf dem Gebiet der Partikelmesstechnik, seit 12 Jahren im DIN-Ausschuss für Oberflächen- und Porencharakterisierung und seit 1998 für die Firma QUANTACHROME tätig. Vertriebsmitarbeiter, Produktspezialist und Marketingleiter waren die Positionen von Dr. Klank im Unternehmen, bevor er 2004 die Position eines zweiten Geschäftsführers der QUANTACHROME GmbH übertragen bekam.

Der Firmengründer und bisherige Geschäftsführer Karl-Jürgen Rath bedankt sich bei allen Lieferanten und Kunden für das Vertrauen und die Zusammenarbeit. Alle Verträge der ehemaligen QUANTACHROME GmbH sowie deren Verpflichtungen und Kooperationen mit Kunden und Lieferanten bleiben durch die Umwandlung in die QUANTACHROME

GmbH & Co. KG und das Ausscheiden von Karl-Jürgen Rath aus der Geschäftsführung unberührt.

**Die QUANTACHROME GmbH & Co. KG wünscht dem bisherigen Geschäftsführer und Firmengründer Karl-Jürgen Rath alles Gute für die Zukunft.**

Mit der Umstrukturierung hat die QUANTACHROME GmbH & Co. KG die Weichen für die Fortsetzung der erfolgreichen Firmenentwicklung gestellt. Personalzuwachs von 20 % in einem Jahr zeugt vom weiteren Wachstumskurs des Unternehmens und gibt die Richtung vor, auch in Zukunft kompetenter und zuverlässiger Partner auf dem Gebiet der umfassenden Partikelcharakterisierung zu sein.

# LabSPA (Laboratory for Scientific Particle Analysis): Zuverlässige Ergebnisse aus dem wissenschaftlichen PartikelanalySELabor

In den letzten Jahren hat sich der Umfang der Auftragsanalytik bei QUANTACHROME Partikelmesstechnik rasant entwickelt. Dies ist weiterer Ausdruck der Wertschätzung traditioneller und neuer Kunden, die im Bereich Partikelmesstechnik

- verlässliche Ergebnisse,
- traditionelle und modernste Auswertungen
- in Form kompetenter Ergebnisberichte,
- zu fairen Preisen und
- zeitnah, und gegebenenfalls als Express-service, zu erhalten.

QUANTACHROME bietet mehr als Standard-Partikelgrößenanalyse. Das wissenschaftliche und europaweit tätige Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse **LabSPA (Laboratory for Scientific Particle Analysis)** in Odelzhausen besitzt die Kompetenz und Geräteausstattung zur umfassenden Charakterisierung von feinteiligen und porösen Stoffsystemen. *(Anmerkung: Die deutschsprachigen Leserinnen und Leser mögen uns die englische Bezeichnung bitte nachsehen. Als inzwischen in ganz Europa tätiges Unternehmen tragen wir damit der Internationalität unserer Interessenten und Kunden mit einer internationalen Bezeichnung Rechnung. Mit der deutschsprachigen Partikelwelt, den deutschsprachigen Seminaren (s. Faxantwort) und den weiterhin deutschsprachigen Unterlagen und Ergebnisberichten werden wir auch in Zukunft in deutscher Sprache für Sie da sein.)*

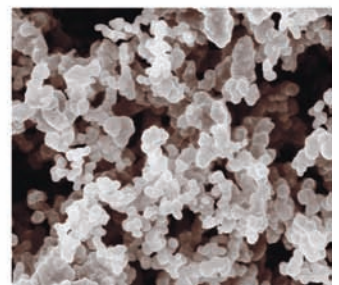
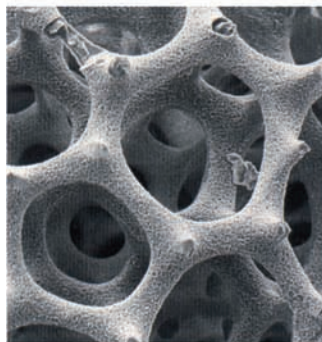
Philosophie des LabSPA ist die Berücksichtigung der Zusammenhänge von Probenahme, Probenteilung und Messergebnis, ebenso wie die Nutzung unserer langjährigen Erfahrungen bei der Dispergierung von flüssigen Dispersionen zur Partikelanalyse. Aufgrund der Geräteausstattung „rund um das Partikel“ können z. B. Zusammenhänge zwischen der Feststoffdichte und Rohdichte, spezifische Oberfläche, Porenstruktur, Wasserdampfsorptionsverhalten, Partikelgrößenverteilung oder Zetapotenzial geschlussfolgert und eine Methodenentwicklung für ungelöste Aufgabenstellungen angeboten werden. Für die Charakterisierung flüssiger Dispersionen stehen außerdem Analysegeräte für Stabilitätsuntersuchungen ohne jedwede Probenänderung und auch für undurchsichtige Proben zur Verfügung, ebenso die Weltneuheit HORUS auf dem Gebiet der

Charakterisierung des Trocknungsverhaltens von Filmen und anderen dünnen Schichten. Das **LabSPA** entwickelt sich ebenso wie QUANTACHROME Partikelmesstechnik zu einem Markenzeichen für hoch qualitative Messergebnisse und Ergebnisinterpretationen, sowohl im deutschsprachigen Raum als auch in anderen europäischen Ländern.

Die Laborleitung wurde im Mai 2007 von Dr. Christian Oetzel übernommen. Als Materialwissenschaftler steht er damit nicht nur allen Interessenten wie bisher auf der DT-Produktstrecke für die Charakterisierung von konzentrierten Dispersionen (Partikelgröße und Zetapotenzial) zur Verfügung, sondern koordiniert nun auch die Methodenentwicklung



## LabSPA - Laboratory for Scientific Particle Analysis



Das LabSPA als Komplettanbieter von Methoden zur umfassenden Analyse „rund um das Partikel“.

und die Weiterentwicklung des **LabSPA**. Das wissenschaftliche Partikelanalyselabor arbeitet eng mit den Leitern der Produktgruppen CILAS, DISPERSION TECHNOLOGY, FORMULACTION und QUANTACHROME zusammen. Damit stehen dem Partikelanalyselabor neben dem Materialwissenschaftler Dr. Oetzel momentan 4 Chemiker, davon 2 promoviert, sowie weitere langjährig erfahrene Mitarbeiter beratend zur Seite. Enge Zusammenarbeit besteht außerdem zu international renommierten Wissenschaftlern wie Dr. Matthias Thommes (QUANTACHROME, USA), Dr. Andrej Dukhin (DISPERSION TECHNOLOGY, USA) oder Dr. Gerard Meunier (FORMULACTION, Frankreich).

Gerade wenn aufgrund geringer Probenanzahl kein Messgerät angeschafft wird oder wenn im Rahmen einer Methodenentwicklung vorerst Proben zur Bewertung einer Messmethode untersucht werden sollen, sind Auftragsmessungen im wissenschaftlichen Partikelanalyselabor sinnvoll. Nutzen Sie die Faxantwort für weitere Informationen und um Test- und Auftragsmessungen oder gar eine komplette Methodenentwicklung für Ihre Problemstellung vom wissenschaftlichen Partikelanalyselabor durchführen zu lassen.

Auf [www.quantachrome.de](http://www.quantachrome.de) können Sie detaillierte Informationen zu Messmöglichkeiten sowie die notwendigen Formulare für die Probenzusendung abrufen. Eine Übersicht der Messmethoden ist im Folgenden aufgeführt.

Nutzen Sie auch unsere Faxantwort für ausführlichere Informationen zu den einzelnen Methoden und Messmöglichkeiten:

- Partikelgrößenanalyse mittels Laserbeugung nach ISO 13320,
- Partikelform nach ISO 9276-6
- BET-Oberflächenbestimmung nach ISO 9277 bzw. DIN 66131,
- Porenvolumenverteilung (bis 1000 µm!) und spezifische Oberfläche durch Quecksilberintrusion nach DIN 66133,
- Mesoporenanalyse nach DIN 66134,
- Mikroporenanalyse nach DIN 66135,
- Dispersionsgrad von Metallen durch Chemisorption nach DIN 66136,
- Dichtebestimmung von Feststoffen nach DIN 66137
- Partikelgröße konzentrierter nanoskaliner Dispersionen (akustisch)
- Zetapotenzial konzentrierter Dispersionen (elektroakustisch)
- Stabilität von Emulsionen und Suspensionen (TURBISCAN-Prinzip ohne jegliche Änderung der Probe!)
- Charakterisierung des Trocknungsverhaltens von Beschichtungen (HORUS-Prinzip auf beliebigen Trägermaterialien!)

- Tap-Density nach DIN und ASTM
- Ad- und Desorption von Wasserdampf u.a. Dämpfen (DIN 66138 (Entwurf))
- Temperaturprogrammierte Reaktionen (TPR, TPD, TPO u.a.) zur Katalysatorcharakterisierung

**Das LabSPA (Laboratory for Scientific Particle Analysis) besitzt die Ausrüstung und das Know-how zur Probenteilung und Probenvorbereitung sowie zur Festlegung applikationsspezifischer Messbe-**

**dingungen. Durch die Mitarbeiter(innen) des wissenschaftlichen Partikelanalyselabors erfolgen zuverlässige Messungen Ihrer Proben, eine auf langjährigen Erfahrungen basierende Methodenentwicklung sowie die Versendung professioneller Ergebnisberichte!**

Unverbindliche Informationsanforderung zur Auftragsanalytik ist durch ein Kreuz auf dem beiliegenden Antwortbogen möglich, gerne senden wir Ihnen weitere Informationen.

## QUANTACHROME

PARTIKELMESSTECHNIK

**Wir sind** ein etabliertes und erfolgreiches Unternehmen für Analysemesstechnik. Auf dem Gebiet der **Charakterisierung von feinteiligen und porösen Stoffsystemen** gehören wir zu den Marktführern. Als deutsches Unternehmen mit Sitz in Odelzhausen sind wir für verschiedene Gerätegruppen zuständig für Verkauf, Betreuung und Service und betreiben ein wissenschaftliches Partikelanalyselabor für Auftragsanalytik, Methodenentwicklung und Testmessungen.

**Wir suchen** die Kombination von Fachwissen auf dem Gebiet der Kolloidchemie, der Fähigkeit der Betreuung und Präsentation einer Produktgruppe von Analysegeräten sowie Interesse an Kundenberatung und Betreuung:

### **Eine/n naturwissenschaftlich qualifizierte/n Mitarbeiter/in**

der/die zukünftig vom **Büro Odelzhausen** aus eine unserer Produktstrecken betreut.

**Wir erwarten** von Ihnen Engagement, Eigeninitiative und überzeugendes Auftreten. Kenntnisse und Erfahrungen bevorzugt in Kolloidchemie, in physikalischer Chemie und auf dem Gebiet von Formulierungen oder angrenzenden Fachgebieten sind von Vorteil. Es wird erwartet, dass Sie Kundenlösungen im Rahmen einer Methodenentwicklung erarbeiten, die Ergebnisse und Erfahrungen professionell darstellen sowie die Analysegeräte beim Kunden vorführen. Mit dem wissenschaftlichen Partikelanalyselabor, der Vertriebsabteilung und dem Marketing arbeiten Sie sehr eng zusammen und präsentieren die Messmethoden und die Analysetechnik auf Tagungen, Seminaren und in Veröffentlichungen.

**Wir bieten** Ihnen eine interessante und sehr selbstständige Dauerstellung mit leistungsgerechten Konditionen und einen Dienstwagen. Eine Einarbeitung in unserer Zentrale in Odelzhausen und beim Hersteller in Toulouse bereitet Sie optimal auf Ihre Aufgabe vor. Wir stellen Ihnen ein hochmotiviertes und engagiertes Team mit einem promovierten Materialwissenschaftler und Diplomchemikern, einige davon promoviert, sowie weiteren erfahrenen Mitarbeitern zur Seite. Des Weiteren stehen das wissenschaftliche Partikelanalyselabor in Odelzhausen sowie enge Kontakte zur Herstellerfirma zur Verfügung.

Wenn Sie für eine anspruchsvolle Produktgruppe sowohl vertriebliche als auch anwendungsbezogene Verantwortung übernehmen wollen, senden Sie bitte Ihre Unterlagen an:

**QUANTACHROME GmbH & Co. KG**  
**Personalabteilung Rudolf-Diesel-Str. 12, D - 85235 Odelzhausen**  
oder vorab per E-Mail an [info@quantachrome.de](mailto:info@quantachrome.de)

# QUANTACHROME intern

Wir freuen uns sehr, dass bei QUANTACHROME die hervorragende Entwicklung der letzten Jahre mit Neueinstellungen von Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern gekoppelt wird. In den letzten 15 Monaten wurden 5 zusätzliche Mitarbeiter(innen) eingestellt und eingearbeitet. Momentan suchen wir einen weiteren Mitarbeiter/eine Mitarbeiterin, lesen Sie hierzu unsere Stellenanzeige in dieser Partikelwelt und leiten Sie diese bitte auch an Absolventen entsprechender Fachrichtung weiter.

Im **Labor für wissenschaftliche Partikelanalyse LabSPA** ist zusätzlich Kariene Eikemann tätig. Dr. Christian Oetzel hat neben seiner Arbeit als Produktgruppenleiter DISPERSION TECHNOLOGY nun auch die Stelle des Laborleiters übernommen. Mit dem Ausbau des wissenschaftlichen Partikelanalyselabors sollen die vorhandenen Laborkapazitäten noch besser für vielfältige Test- und Auftragsmessungen im Sinne einer umfassenden Charakterisierung von feinteiligen und porösen Stoffsystemen zur Verfügung stehen. Verstärkt wurde auch die

**Serviceabteilung** mit Peter Macht und André Weiß. Beide sind seit Anfang 2007 bei uns tätig und tragen mit dazu bei, dass unsere Reaktionszeiten insgesamt als beispielgebend in der Branche gelten.

Mit der Übernahme des Verkaufsgebietes BeNeLux hat unser neuer Mitarbeiter Ton Goverde sein Büro in Klundert (Niederlande) eröffnet. Für den **Vertrieb** sind außerdem im Gebiet Südwest Heiko Sievers und zur Verstärkung im Gebiet Nordost Matthias Oberlinger in das Vertriebsteam gekommen. Heiko Sievers ist seit Mai 2007 neben Dr. Carsten

Blum auch als Produktmanager tätig und wird mit dafür sorgen, dass Interessenten und Kunden bei uns weiterhin kompetent beraten werden.

Wir freuen uns über diesen beträchtlichen personellen Zuwachs im Sinne optimaler Kundenbetreuung und als Ergebnis einer sehr positiven Unternehmensentwicklung in den letzten Jahren. Während sich das weiter gewachsene QUANTACHROME-Team im Winter noch zum Gruppenfoto sammelte, sind wir inzwischen wieder sehr aktiv und freuen uns auf eine gute Zusammenarbeit.



## Messen, Fachtagungen und Seminare

### MESSEN

Wir begrüßen Sie gerne an unseren Ausstellungsständen zur

#### ILMAC

25.-28.09.2007 in Basel

#### 5<sup>th</sup> Conference on Formulation Technology

19.-22.11.2007, Potsdam

und auf vielen Fachtagungen!

### SEMINARE UND WEITERBILDUNGSKURSE

(weitere Informationen zu allen aufgeführten Seminaren können Sie per beiliegender Faxantwort anfordern!)

#### Seminar Partikelcharakterisierung am 11. Oktober 2007 in Wien:

Am 11.10.07 führen wir ein Partikelseminar „Charakterisierung feinteiliger und poröser Stoffsysteme“ in Wien durch, die Teilnahme ist kostenlos, um zeitige Anmeldung wird gebeten.

#### Seminar Partikelgröße und Partikelform am 18./19. Oktober 2007 in Odelzhausen (2 halbe Tage):

Am 18./19.10.07 führen wir ein Seminar zum Thema „Partikelgrößenbestimmung“ in unserer Zentrale in Odelzhausen (zwischen München und Augsburg) durch.

Das Seminar beginnt am 18.10. um 13 Uhr und endet am 19.10. 13 Uhr, am Nachmittag des 19.10. besteht noch die Möglichkeit der Besprechung spezieller Fragen im Applikationslabor. Für das Seminar wird ein Unkostenbeitrag von 60 Euro erhoben (Verpflegung ist inklusive).

Auch hier wird um rechtzeitige Anmeldung gebeten (Teilnehmerzahl ist begrenzt).

#### Seminar Particle Characterization on October 23<sup>rd</sup>, 2007, in Zevenbergen/The Netherlands:

We will hold the Particle Seminar „Characterization of fine dispersed and porous systems“ in Zevenbergen/The Netherlands in English language. Participation is free of charge.

#### Weiterbildungsseminar „Charakterisierung feindisperser und poröser Stoffsysteme“

vom 13. bis 15. November 2007

in Darmstadt: Nach dem außerordentlichem Erfolg unseres Weiterbildungsseminars im Herbst 2006 in Zürich führen wir am 13., 14. und 15.11.2007 ein insgesamt 3-tägiges Weiterbildungsseminar zur „Charakterisierung feinteiliger und poröser Stoffsysteme“ in Darmstadt durch.

Dieses Weiterbildungsseminar beschäftigt sich vertieft am 13.11. mit der „Charakterisierung von Oberflächen- und porösen Strukturen“, am 14.11. mit der „Partikelgrößenanalyse und Zetapotenzialbestimmung“ und am 15.11. mit der „Stabilität von Dispersionen und Trocknungsverhalten von dünnen Schichten“.

Informationen zum Programm und den Tagungsgebühren (auch für einzelne Tage) senden wir Ihnen auf Wunsch gerne zu.

**Bitte nutzen Sie beiliegende Faxantwort oder fragen Sie per E-Mail bei [info@quantachrome.de](mailto:info@quantachrome.de).**