

V11.09

Dispergierung und Fragmentierung pyrogener SiO₂- und TiO₂-Nanopartikel

R. Wengeler¹⁾ (E-Mail: robert.wengeler@mvm.uni-karlsruhe.de), A. Teleki²⁾, M. Vetter¹⁾, L. Wengeler²⁾, S. E. Pratsinis²⁾, H. Nirschl¹⁾

¹⁾Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik, Universität Karlsruhe, D-76128 Karlsruhe;

²⁾Particle Technology Laboratory, ETH Zürich, Switzerland.

10.1002/cite.200650034

Die Flammensynthese stellt das Hauptherstellungsverfahren für anorganische Nanopartikel zur Anwendung in Nanokompositen und Beschichtungen dar. Die Pulver müssen deshalb in einer kontinuierlichen Matrix dispergiert werden. Die Dispergierung und Fragmentierung pyrogener nanoskaliger SiO₂- und TiO₂-Agglomerate wurde in Abhängigkeit der Primärpartikelgröße und des Agglomerationsgrads mit einem Hochdruckverfahren ($0 < \Delta p < 1500$ bar) untersucht. Dazu wurden SiO₂-Partikel durch Zumischung eines HMDSO beladenen Inertgasstroms in einem Diffusionsflammenreaktor [1] und TiO₂-Partikel durch die Verdüsung einer TTIP-Lösung in einem Flammensprühpyrolyseprozess hergestellt. Die Primärpartikelgröße der SiO₂-Partikel (10 – 50 nm) und deren Agglomerationsgrad wurden durch die O₂- und HMDSO-Zuflussraten variiert; beim TiO₂ wurden diese Parameter durch unterschiedliche O₂-Volumenströme und Calcinierung eingestellt. Die Pulver wurden mit BET-Analyse, SAXS, TEM und XRD (bei den kristallinen TiO₂-Partikeln) charakterisiert. Die Durchmesser der Agglomerate in Dispersion wurden mit dynamischer Lichtstreuung sowie weitere Parameter mit SAXS

vermessen. Sphärische, gering agglomerierte SiO₂-Partikel wurden bei niedrigen O₂-Strömen hergestellt, wohingegen kleinere und stark agglomerierte Partikel bei hohen O₂-Volumenströmen hergestellt wurden [2].

Scher- und Dehnspannungen, die von der Flüssigkeit auf die Partikel übertragen werden, brechen über physikalische Wechselwirkungen gebundene Agglomerate auf, und es verbleiben versinterte Aggregate, die bei SiO₂ Durchmesser zwischen 100 und 180 nm aufweisen. Die Calcinierung der TiO₂-Partikel bei Temperaturen von 200 bis 800 °C weist steigende Durchmesser der Aggregate (80 – 200 nm) und Agglomerate (200 – 350 nm) mit steigender Temperatur auf; eine Abnahme der Aggregatdurchmesser mit steigendem Druck ist nicht mehr zu beobachten. Die Untersuchungen zeigen den Einfluss der Bindungen auf die Verarbeitung pyrogener Nanopartikel, wobei Art und Stärke der Bindung bereits bei der Synthese determiniert werden.

[1] A. Teleki et al., *J. Mater. Res.* **2005**, *20*, 1336.

[2] R. Wengeler et al., *Langmuir* **2006**, in press.
DOI: 10.1021/la053283n

V11.10

Parameteruntersuchung zur SiO₂-Nanopartikelproduktion durch Mikrowellenplasma-synthese

Dipl.-Ing. W. Baumann¹⁾ (E-Mail: baumann@itc-tab.fzk.de), Dipl.-Ing. B. Thekedar¹⁾, Dr. H.-R. Paur¹⁾, Prof. Dr.-Ing. H. Seifert¹⁾, M. Hauser¹⁾

¹⁾Institut für Technische Chemie, Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Postfach 3640, D-76021 Karlsruhe.

10.1002/cite.200650026

Die physikalischen und chemischen Eigenschaften von Nanopartikeln hängen entscheidend von deren Größe ab. Umfangreiche Untersuchungen haben gezeigt, dass mit dem Mikrowellenplasma-Prozess (MWP) nicht-agglomerierte Nanopartikel im Größenbereich unter 30 nm hergestellt werden können. Die gemessenen Partikel lagen im Größenbereich unter 10 nm mit enger Verteilungsbreite. Ein Vergleich von TEM-Analysen und Online-Mes-

sungen mit einem Partikelmassenspektrometer (PMS) zeigte eine gute Übereinstimmung. Das PMS hat sich als effiziente Online-Messtechnik bewährt. Untersucht wurde der Einfluss der Precursor-Menge, der MW-Leistung, des Prozessdrucks und der Verweilzeit auf die Partikelbildung.

Der Mikrowellenreaktor besteht aus einem Quarzglasrohr, dem das Reaktionsgas und der Precursor zugeführt werden. Als MW-Genera-