

Charakterisierung der Dispergierung nanoskaliger Partikeln durch Röntgenkleinwinkelstreuung

Metalloxidische Nanopartikeln verbessern als disperse Phase in Nanokompositen verschiedenste Materialeigenschaften, zum Beispiel optische oder mechanische Eigenschaften. Für anorganische Partikeln sind pyrogene Herstellverfahren am weitesten verbreitet und entwickelt. Die in der Gasphase hergestellten Partikeln erfordern eine Dispergierung in Flüssigkeiten als zusätzlichen Verarbeitungsschritt zur Anwendung in Kompositmaterialien.

In experimentellen Untersuchungen zur Dispergierung von Siliziumdioxid und Titandioxid Nanopartikeln wurden die Einflüsse von Partikelsynthese, Benetzung, Stabilisierung und Dispergierung auf Partikel- und Agglomerateigenschaften untersucht. Dabei wurde die Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS) als Messverfahren zur Bestimmung von Primärpartikelgröße, Agglomeratgröße, spezifische Oberfläche und fraktaler Dimension eingesetzt. Die Auswertung der fraktalen Agglomerate erfolgte mit dem Ansatz von Beaucage [1], die spezifische Oberfläche SSA lässt sich nach Glatter und Kratky [2] mit aus Porod Konstante C_p und der Streuinvarianten Q berechnen, wenn die Volumenkonzentration φ_c und die Dichte ρ_p der Partikeln bekannt sind:

$$SSA = \frac{S}{V \cdot \rho_p} = \frac{\pi \varphi_c (1 - \varphi_c)}{\rho_p} \cdot \frac{C_p}{Q}$$

Die Bestimmung der spezifischen Oberfläche im Aerosol und in der Suspension mittels SAXS lässt sich durch Stickstoffadsorptionmessungen mit der BET-Methode validieren. Die Ergebnisse beider Messungen weisen Unterschiede unter 15% auf.

In Abhängigkeit von den Syntheseparametern konnten nicht bis stark agglomerierte Nanopartikel in wässriger Suspension untersucht werden. Die Agglomeration ist auf den Herstellprozess zurückzuführen, bei dem harte Agglomerate, bei denen die Partikeln durch Feststoffbrücken miteinander verbunden sind, und weiche Agglomerate, die aufgrund attraktiver interpartikulärer Wechselwirkungskräfte zusammengehalten werden, entstehen. Die Streukurven der nicht agglomerierten Partikeln lassen sich durch eine Partikelgrößenverteilung beschreiben, wohingegen die stark agglomerierten Partikeln fraktale Strukturen aufweisen. Durch die Dispergierung mit einem Hochdruckverfahren werden diese Agglomerate teilweise aufgebrochen und die Agglomeratgröße sinkt. Die fraktale Dimension ändert sich jedoch nicht.

Die Untersuchungen zeigen das große Potential der Röntgenkleinwinkelstreuung zur quantitativen Beschreibung nanoskaliger Partikeln und Agglomerate und deren Veränderung im Herstellprozess. Ein Vorteil gegenüber vielen anderen Verfahren ergibt sich daraus, dass die Röntgenkleinwinkelstreuung Messungen sowohl in der Flüssigkeit als auch in der Gasphase erlaubt und somit eine Partikelcharakterisierung entlang der gesamten Prozesskette, beispielsweise zur Herstellung von Nanokompositen, ermöglicht.

[1] G. Beaucage, J. Appl. Cryst. (1995) 28, 717-728.

[2] O. Glatter; O. Kratky, Small angle x-ray scattering, Academic Press, London, 1982.