

Die Röntgenkleinwinkelstreuung als Charakterisierungsmethode in der Herstellung von Nanopartikeln

*Dipl.-Ing. Alexander Gutsche, Dr.-Ing. Xiaoi Guo, Prof. Dr.-Ing. Hermann Nirschl,
Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik,
Karlsruher Institut für Technologie, Germany*

Die Herstellung von Nanopartikeln mit definierten Eigenschaften, wie z. B. Partikelgrößenverteilung und Morphologie erfordert ein tiefgreifendes Verständnis der während der Synthese wirkenden Mechanismen der Partikelbildung und des Partikelwachstums. Um diese zu erfassen, ist eine zeitaufgelöste, zerstörungsfreie Erfassung der Partikeleigenschaften während der Synthese wünschenswert. Hierfür eignet sich die Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS) besonders gut, da neben dem nicht-invasiven Charakter der verwendeten Röntgenstrahlung, eine kurze Messzeit die erforderliche Zeitauflösung mit sich bringt. Im Gegensatz zu herkömmlichen Untersuchungsmethoden, wie z. B. TEM stellt die SAXS Daten mit hoher statistischer Qualität bereit, da hier nicht nur ein kleiner Ausschnitt der Probe, sondern ein relativ großes Teilvolumen analysiert wird.

Im Rahmen dieses Beitrags wird ein Überblick darüber gegeben, welche Partikelcharakterisierende Informationen mittels der SAXS-Laborkamera erhalten werden können. Diese sind u. A. die Partikelgrößenverteilung, die Partikelanzahlkonzentration, die spezifische Oberfläche, die Zugänglichkeit von Poren für Gase bzw. Flüssigkeiten, die Schalendicke von Core-Shell-Partikeln, Informationen über die Oberflächenrauigkeit sowie den fraktalen Aufbau von Aggregaten, usw. Parallel dazu erlaubt die simultane Erfassung der Streuintensität im Bereich großer Winkel eine Beurteilung von kristallspezifischen Parametern, wie Gitterkonstante und Kristallitgröße.

Anhand ausgewählter Beispielsysteme (kommerzielle sowie selbst synthetisierte Produkte), wird aufgezeigt wie die SAXS zur Ermittlung der genannten Parameter genutzt werden kann bzw. wo die praktischen Grenzen dieser Messtechnik liegen. Zu Validationszwecken wurde u. A. die TEM.- sowie die BET-Analyse durchgeführt. Durch die zeitaufgelöste Erfassung der Partikelcharakterisierenden Parameter während der Synthese werden außerdem Rückschlüsse auf wirkenden Partikelbildungs- und -wachstumsmechanismen in einem Sol-Gel-Prozess gemacht.