



Prüfbericht I.31 / 01 FE /07

Antragsteller:

Selcuk Mentese, NNT Nanotechnology

Probe:

Multi Motoröl Additiv

Eingangsdatum:

12.01.2007

Aufgabenstellung:

Untersuchung der Phasenzusammensetzung und der Kristallitgröße(n) der im Multi Motoröl Additiv enthaltenen festen Komponenten.

Untersuchungsverfahren:

XRD

Vorgehensweise:

Erste orientierende Messungen am noch mit Öl behafteten Pulver verdeutlichten die Notwendigkeit einer weiteren Probenaufbereitung, um die etwaigen Beiträge nanokristalliner Feststoffanteile zum Röntgenstreubild von denjenigen des Öls unterscheiden zu können.

Probenvorbereitung:

Nachdem neben den im Öl suspendierten Festkörpern noch ein erhebliche Anteil Bodensatz in der Flasche festzustellen war, wurden im Folgenden zwei Proben getrennte Proben (überstehende Suspension und Bodensatz) separat untersucht. Die überstehende Suspension (3500U/min für 15 min) und der Bodensatz (4000U/min für 15 min) wurden zentrifugiert, dreimal mit n-Heptan gewaschen und über Nacht im Vakuumtrockenschrank getrocknet (T=40°C).

Das talkartige weiße Pulver wurde für die röntgendiffraktomerische Untersuchung auf einem untergrundfreien Si-Einkristall-Probenträger aufgebracht.

Durchgeführte Messungen und Messbedingungen:

Röntgenpulveruntersuchung mit SIEMENS D5000 Diffraktometer (Cu-Strahlung) in Bragg-Brentano Geometrie. 20-60° 2θ; Schrittweite 0.02°; 20 Sekunden/Schritt.

Qualitative Phasenanalyse unter Verwendung der PDF Datenbank.

Lokalisierung und Verfeinerung der Peakpositionen und Reflexbreiten (Kristallitgrößeneffekte) unter Verwendung des Programmpaketes TOPAS (Bruker-AXS).

PRÜFBERICHT



Abbildung 1 Röntgenpulverdiffraktogramme der festen Bestandteile der Suspension (schwarz) und des Bodensatzes (blau) im Vergleich mit dem berechneten Pulverdiffraktogramm von BN (rot)

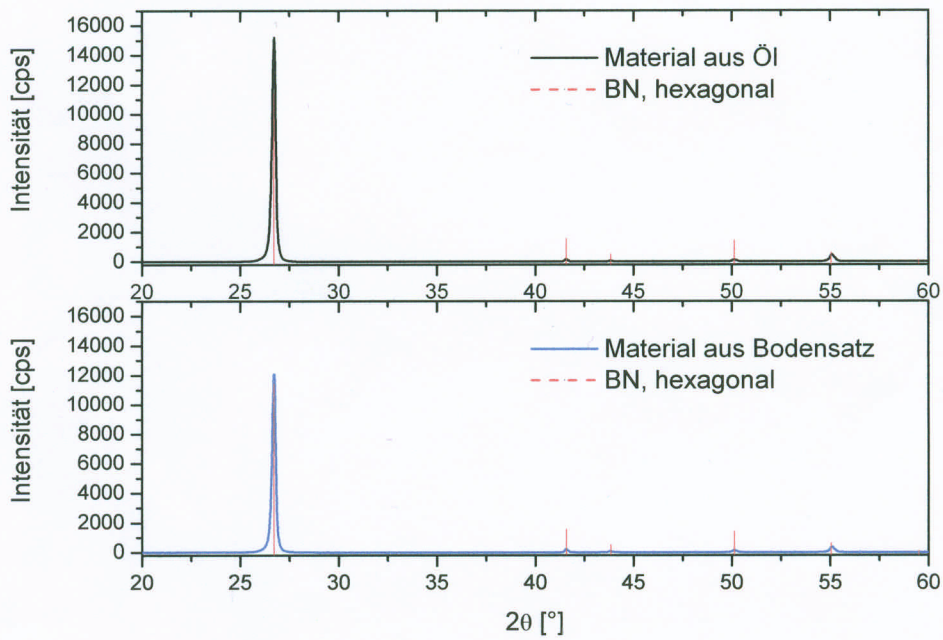
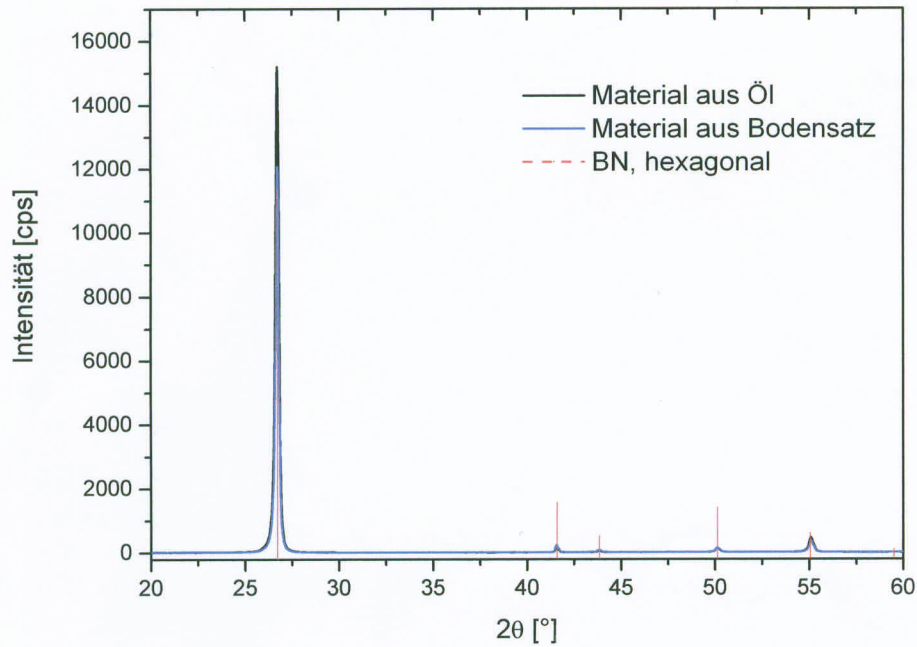
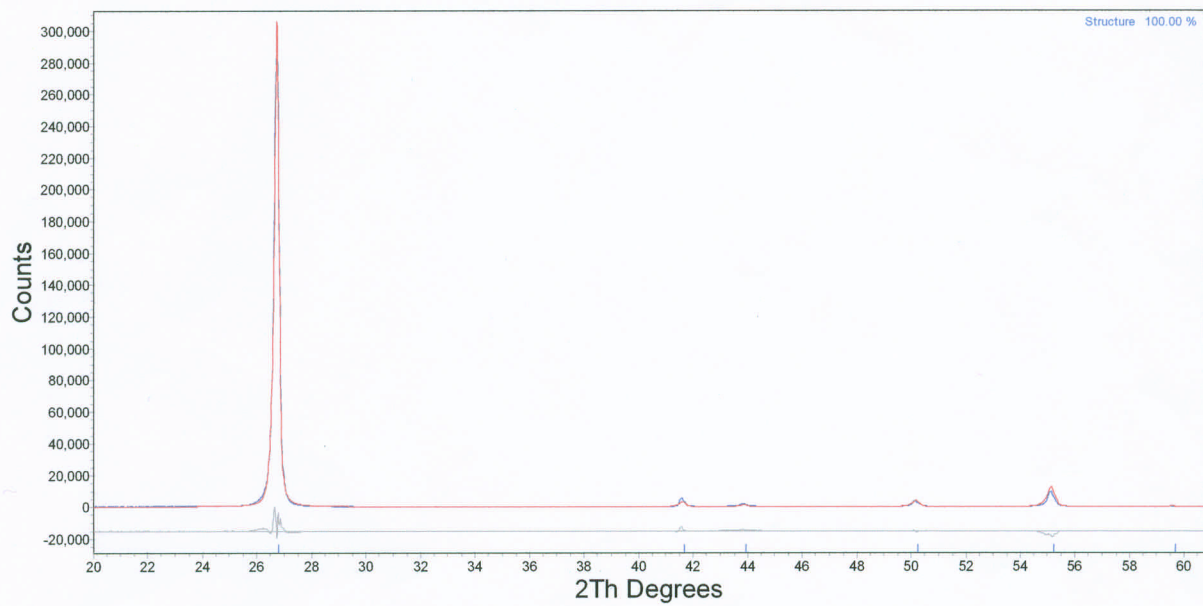
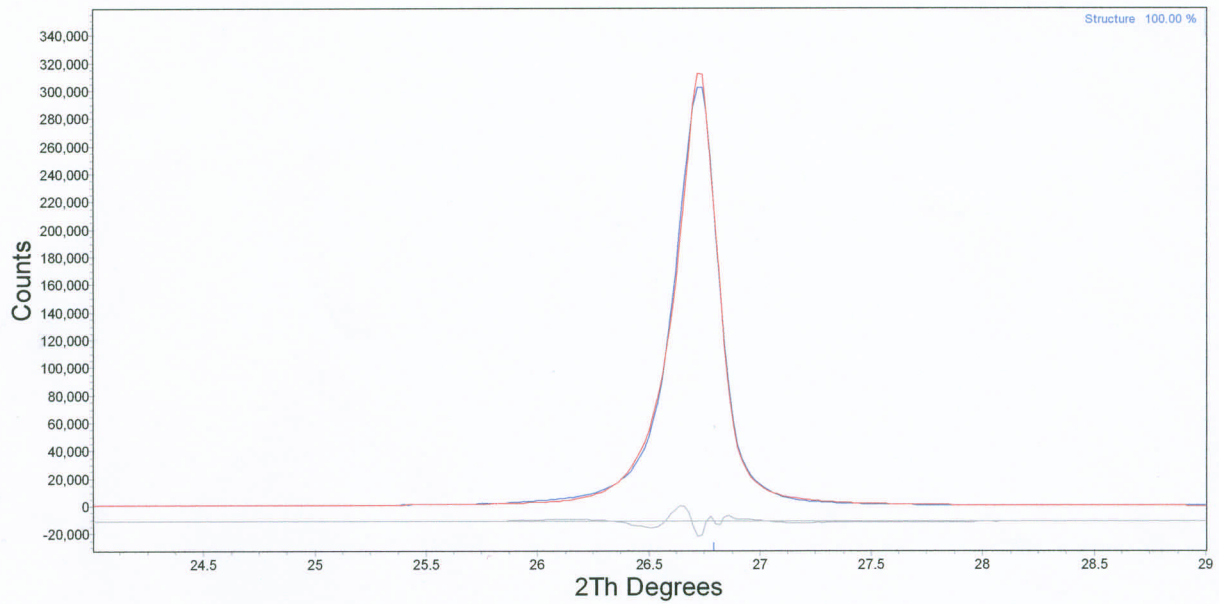


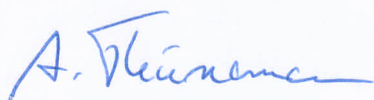
Abbildung 2 Vergleich des gemessenen (blau) Diffraktogramms mit dem anhand des oben angegebenen Modells (rot) der Probe (einphasig, BN hexagonal, Kristallitgröße 100nm), Differenz (grau).



Ergebnisse:

- Die Röntgenpulverdiffraktogramme des im Öl suspendierten und aus dem Bodensatz gewonnenen Materials weisen beide ein sehr gutes Signal/Untergund Verhältnis auf.
- Die Lage und Breite der Peaks sind in beiden Diffraktogrammen identisch. Beide Proben eine identische Phasenzusammensetzung und Kristallitgröße auf.
- Die auftretenden Peaks stimmen mit den für hexagonales Bornitrid berechneten Peaklagen überein.
- In der Probe wurden keine Anteile nanokristallinen Materials < 10 nm nachgewiesen.
- Es liegt eine monodisperse Verteilung der Kristallitgröße vor.
- Das berechnete Diffraktogramm lässt sich an das gemessene Diffraktogramm unter Verwendung des folgenden Modells anpassen: Hexagonales BN als einzige Phase, Kristallitgröße von 100 nm.

Im Auftrag



Fachgruppenleiter I.3
Strukturanalytik; Polymeranalytik
(Dr. Andreas Thünemann)



30.01.07. F. Emmerling
Arbeitsgruppenleiterin I.31
Röntgenstrukturanalytik
(Dr. Franziska Emmerling)

Prüfberichte dürfen nur im vollen Wortlaut und ohne Zusätze veröffentlicht werden. Für veränderte Wiedergabe und Auszüge ist vorher die widerrufliche schriftliche Einwilligung der BAM einzuholen. Die Prüfergebnisse beziehen sich ausschließlich auf die untersuchten Prüfmaterialien.