

Präzisionsbestimmung der Durchmesser von monodispersen Mikropulvern mit Röntgen-Refraktometrie

Schlagwörter

Röntgenrefraktion, zerstörungsfreies Verfahren, Pulvercharakterisierung, Korndurchmesser, Oberflächendichte, spezifische Oberfläche

Prüfgrößen und -objekte

Durchmesser und spezifische Oberfläche von monodispersen Mikropulvern

Prüfbereich

Durchmesser d : $0,10 \mu\text{m} < d < 10,00 \mu\text{m}$

Ergebnisunsicherheit

von 2 % bis 5 %

Einsatzgebiete

Herstellung von Referenzmaterialien, Produktüberwachung, Vergleich mit anderen Prüfverfahren

Prüfmethodik und Gerätetechnik

Messung der Kleinwinkelstreuung an einer Röntgen-Feinstrukturanlage mittels Kratky-Streukammer oder mit dem kommerziellen "X-ray refraction scanner" (SPECS GmbH). Die für die Analyse erforderlichen Messgrößen Refraktionsintensität und transmittierte Intensität werden simultan von zwei Szintillationszählern erfasst und als Datensatz weiterverarbeitet.

Qualifikation und Qualitätssicherung

Die Methode wurde an der BAM entwickelt und setzt spezielle Kenntnisse auf dem Gebiet der Röntgen-Refraktometrie voraus.

Erfahrungen zur Charakterisierung von Mikropartikeln und Pulvern zur Herstellung von Grünkörpern liegen vor.

Qualitätssicherung durch Vergleichsmessungen mit anderen Verfahren, z. B. in Zusammenarbeit mit der Abteilung „Analytische Chemie; Referenzmaterialien“ der BAM.

Ansprechpartner

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Dr. Bernd R. Müller, Telefon +49 30 8104 1852, Fax +49 30 8104 71852, bernd.mueller@bam.de

[Fachbereich 8.5: Mikro-Zerstörungsfreie Prüfung](#)

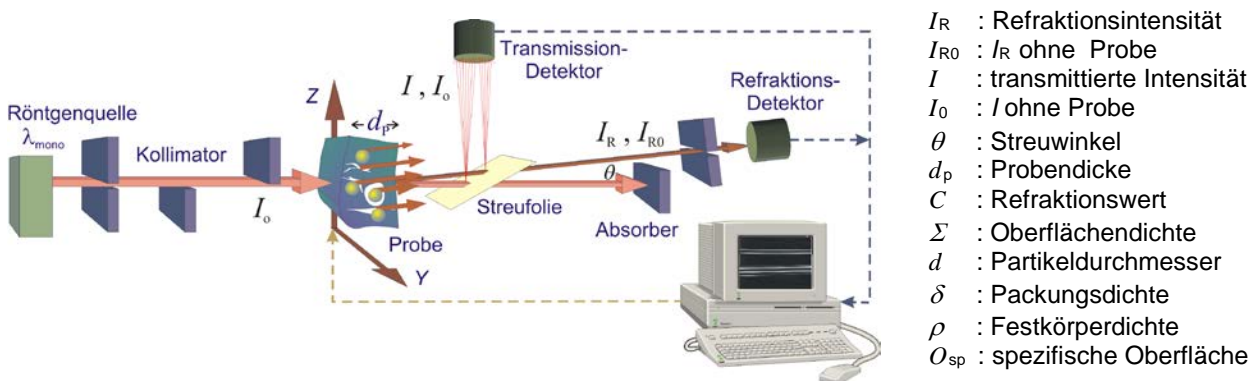
[Referenzverfahren auf www.rrr.bam.de](http://www.rrr.bam.de)

Ergänzende Angaben

Röntgen-Refraktions-Effekt

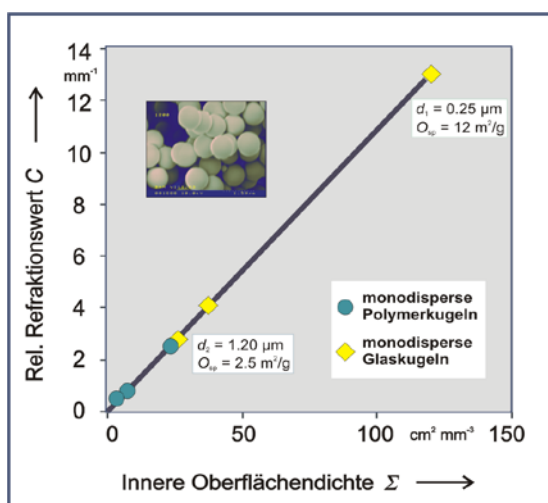
Röntgenstrahlen werden an Grenzflächen zwischen Materialbereichen mit unterschiedlichem Brechungsindex abgelenkt. Dieser Effekt wird genutzt, um Pulvergebände zu charakterisieren. Zur quantitativen Auswertung des Röntgen-Refraktions-Effekts wird die Pulverprobe mit monochromatischer Röntgenstrahlung durchstrahlt, und unter einem konstanten Beobachtungswinkel von ca. $\theta > 2,5$ Bogenminuten die gestreute Strahlung detektiert. Bei Pulvern findet die Brechung der Strahlung an der Grenzfläche zwischen dem Korn und dem umgebenden Medium statt. Die gemessene Refraktionsintensität I_R ist proportional zu der im Streuvolumen brechenden Oberfläche des Pulvers und der durchstrahlten Dicke des Gebindes d_p . Die transmittierte Intensität I hinter der Probe verhält sich entsprechend dem Lambert-Beer Gesetz $I = I_0 \cdot e^{-\mu_l \cdot d_p}$, und wird apparativ bedingt mit Hilfe einer Streufolie gemessen. Die Messgleichung $C = ((I_R \cdot I_0 / I_{R0} \cdot I) - 1) / d_p$ liefert einen Refraktionswert C als direkt proportionales Maß für die Oberflächendichte Σ des Pulvers im Probenvolumen. Für monodisperse sphärische Partikel mit Durchmesser d und einer Packungsdichte δ gilt: $\Sigma = 6 \cdot \delta / d$ [1].

Messapparatur



Die Röntgen-Refraktions-Messungen werden an einer konventionellen Röntgen-Feinstrukturanlage mit geschlossener Feinfokusröhre oder mit dem kommerziellen "X-ray refraction scanner" (SPECS GmbH, Berlin) durchgeführt. Die Messapparatur ist so konzipiert, dass mit charakteristischer Mo-Strahlung unter Verwendung zweier Szintillationsdetektoren die Refraktionsintensität I_R simultan mit der transmittierten Intensität I bei konstantem Streuwinkel θ gemessen wird.

Messergebnis



Der lineare Zusammenhang zwischen Refraktionswert C und Oberflächendichte Σ ermöglicht die Bestimmung des absoluten Durchmessers d von monodispersen Pulvern. Die Messung zeigt die Kalibrierung der Apparatur mit sphärischen Partikeln unterschiedlicher Festkörperdichte. Die Partikeldurchmesser d der verwendeten Pulver überdecken den Bereich von 0,25 μm bis 8,0 μm. Die Werte von Σ sind auf eine Packungsdichte von $\delta = 0,5$ normiert. Aus Σ wird der Partikeldurchmesser d bestimmt. Bei bekannter Festkörperdichte ρ kann damit die spezifische Oberfläche des Pulvers nach $O_{sp} = 6 / \rho \cdot d$ berechnet werden. Es ist vorgesehen, das Verfahren auch zur Charakterisierung polydisperser Pulver anzuwenden und auf Messungen im Bereich der Nanometerskala zu erweitern.

Literatur

- [1] K.-W. Harbich, J. Schors, A. Lange, M.P. Hentschel
 X-ray refraction : New methods for nondestructive evaluation of advanced materials
 In : Emerging Technologies in NDT, Balkema/Rotterdam/Brookfield/2000