www.zeta-pa.de

Physikalisch-Chemische Charakterisierungen

Oberfläche • Porosität • Morphologie

ZetA Partikelanalytik GmbH

Leistungsübersicht

Stand: 01.01.2025

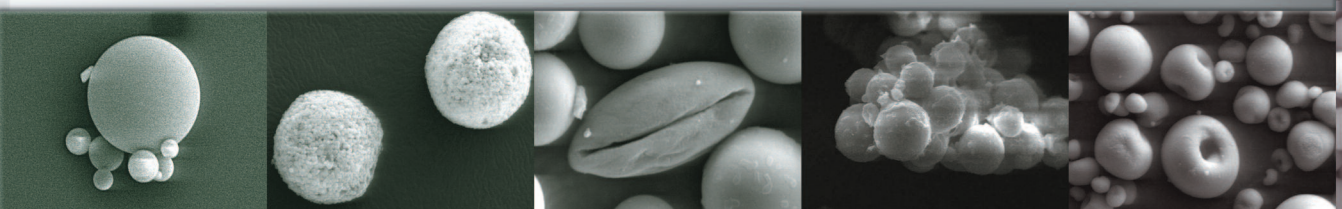
Auftragsanalytik

Auftrags-F&E

2025

Qualitätsmanagement GZQ CERTIFICATION ISO 9001:2015

TPD
NLDFT
heterogene Katalyse
ISEC Frontalanalyse
Stickstoffsorption Nanotubes
Nanoporen Durchbruchskurve VSSA
Wechselwirkungen TPR Bulkparameter
Schüttgüter Feuchtebestimmung Dichte Korngröße
Größenausschluß TPO Proteine Adsorption Nanotechnologie
EDX Silica reaktive Zentren MOF Synthese Chromatographie BJH Keramik
Füllstoffe Laserbeugung REM Isothermen Headspace-GC BET Adsorbens
Partikel TG Elementaranalyse Desorption Porenvolumen TEM Zetapotential
Funktionalisierung Mesoporen XRD Chemisorption Polymer Zeolith Applikation Porengröße
Nanopartikel Phasenentwicklung CNT Molekularsieb Makroporen Morphologie
Oberfläche Peptide Mikroporen HPLC Quecksilberintrusion Pulssorption



Über die „ZetA“

...Kompetenz bei Partikeln, Poren und Oberflächen

Die ZetA Partikelanalytik GmbH ist ein unabhängiges chemisch-physikalisches Dienstleistungslabor bei Fragestellungen zur Charakterisierung und Anwendung funktioneller Materialien. Die "ZetA" wurde als Spin-Off des Arbeitskreises K.K. Unger / Uni Mainz gegründet und verfügt seit Ende 2007 über eigene, messtechnisch und synthetisch gut ausgestattete Laborräume ausserhalb des Campus. Bei Bedarf greifen wir auf ein zuverlässiges Netzwerk von Kooperationspartnern zurück, so dass wir schnell und flexibel auf unterschiedlichste Anforderungen und Kundenwünsche reagieren können. Seit Ende 2022 ist unser stetiges Streben nach Qualität und Zuverlässigkeit dokumentiert in der Zertifizierung nach DIN 9001:2015, welche sämtliche Tätigkeitsbereiche umfaßt.

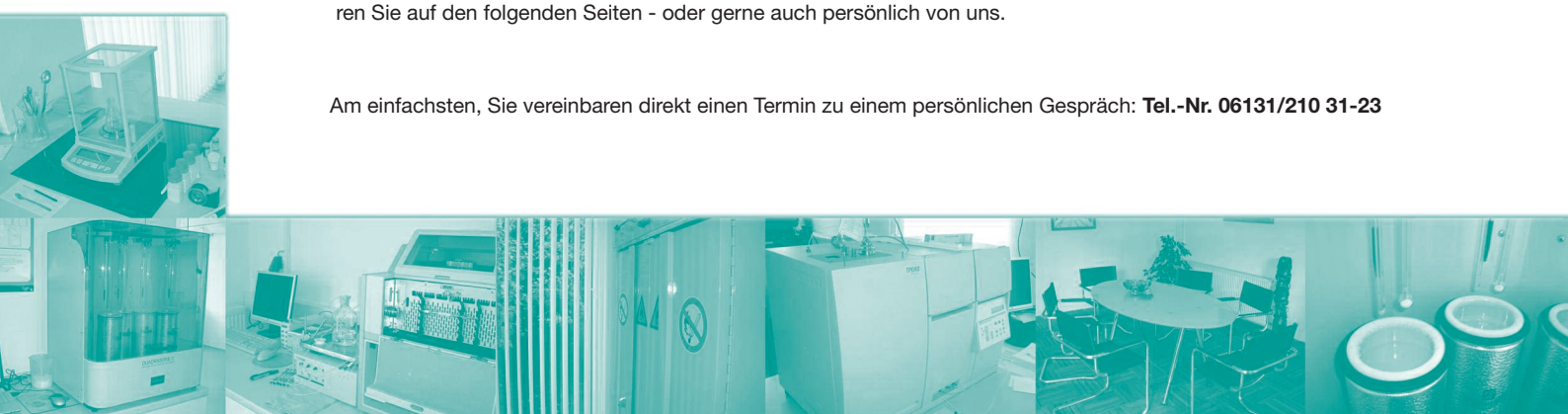
Das Gründerteam war vor der Ausgründung jahrelang aktiv und erfolgreich an verschiedenen Projekten auf dem Gebiet der angewandten Materialwissenschaften beteiligt. Diese Tätigkeiten im Rahmen der universitären Forschung und die breite Kompetenz an Lösungsansätzen sind die Grundlage für das Leistungsangebot der „ZetA“.

Dr. Zöfre Bayram-Hahn befasste sich im Rahmen ihrer Dissertation mit der Herstellung, Optimierung und Charakterisierung von polymermodifizierten Phasen für die HPLC von Biopolymeren im Hinblick auf eine optimale Trennung – unter Erhalt der biologischen Aktivität. Dies erreichte Sie unter anderem durch gezielte Variation der Polymerzusammensetzung bezüglich Hydrophobie und Schichtdicke. Um eine optimale Vergleichbarkeit der einzelnen Ergebnisse zu gewährleisten entwickelte sie dabei standardisierte Protokolle zur Untersuchung und Datenauswertung, die einen wichtigen Bestandteil des Messangebotes der ZetA Partikelanalytik darstellen. Dazu gehören beispielsweise folgende chromatographische Verfahren: ISEC (Porenverteilung etc.) Frontalanalyse mittels Staircase-methode (Adsorptionsisothermen), H-vs-U-Kurven (Massentransfer nach Knox oder van-Deemter) sowie ein Test der Biokompatibilität chromatographischer Sorbentien (relative Enzymaktivität). Frau Bayram-Hahn ist bei "ZetA" Ihr kompetenter Gesprächspartner mit speziellem Know-how auf dem Gebiet der chromatographischen Sorbentien.

Dr. Andreas Hahn promovierte über das Thema "Untersuchungen zum Bildungsprozess von nanoskaligen porösen Kieselgelen und MFI-Zeolithen". Dazu optimierte und vereinfachte er eine hydrothermale Syntheseroute von MFI-Zeolithen um diese unter Normaldruck durchzuführen und somit eine optimale Zugänglichkeit für die Probennahme zu gewährleisten. Somit konnten - auch durch verschiedene Online-Untersuchungen mit Neutronen- und Synchrotronstreuung interessante Einblicke zum Bildungsprozess gewonnen werden. Er begleitete den Arbeitskreis Unger seit 1995 in verschiedenen Projekten im Rahmen der angewandten Materialentwicklung und verfügt über einen großen Erfahrungsschatz bezüglich physikalisch-chemischer Charakterisierungsmethoden. Zuletzt beschäftigte er sich mit der Materialauswahl und -optimierung im Rahmen des BMBF-Netzwerkprojektes "Neue hochporöse Materialien und Systeme für die Energiespeicherung...". Herr Hahn ist bei "ZetA" Ihr kompetenter Gesprächspartner auf den Gebieten anorganischer Sorbentien sowie Substanzen mit reaktiven Oberflächen.

Unser Angebot basiert auf jahrelangen synthetischen und anwendungstechnischen Erfahrungen im Bereich anorganischer Sorbentien. Dieses reicht von der reinen Beratung über die Auftragsanalytik mit besonderem Fokus auf reaktive Oberflächen und dazugehörige Ad- und Desorptionsprozesse bis hin zur projektbezogenen Materialentwicklung. Wir kümmern uns um Durchführung und Lieferung relevanter Messdaten, helfen und beraten beim Design der Experimente und der Einordnung der Ergebnisse sowie bei der Implementierung in ihre Routineanalytik - bis hin zur Einweisung und Schulung der Mitarbeiter vor Ort oder bei uns. Mehr über unser Angebot erfahren Sie auf den folgenden Seiten - oder gerne auch persönlich von uns.

Am einfachsten, Sie vereinbaren direkt einen Termin zu einem persönlichen Gespräch: **Tel.-Nr. 06131/210 31-23**



Der Stoff aus dem die Träume sind...

...SiO_2 als zuverlässiges Gerüst für maßgeschneiderte Sorbentien

Quarzsand besteht aus reinem SiO_2 und nicht nur der Sandmann weiß, dass dieser Stoff die ideale Grundlage für Träume darstellt. Materialwissenschaftler sowie Festkörperchemiker wissen schon lange von den vielfältigen Möglichkeiten dieses Gerüstmaterials, mit dessen Hilfe durch gezielte Funktionalisierung maßgeschneiderte Sorbentien für die unterschiedlichsten Applikationen darstellbar sind.

Dabei spielt Quarzsand natürlich nur eine untergeordnete Rolle: Siliziumdioxid ist in der amorphen Form als Kieselgel bzw. Silica in vielfältigen Variationen erhältlich. Mit großer, gut definierter Oberfläche und einstellbarer Porengröße wird es bereits unmodifiziert als ideale Basis für die unterschiedlichsten Anwendungen genutzt. Dies liegt einerseits an der leichten Verfügbarkeit des Materials und andererseits an den ausgezeichneten Möglichkeiten zur gezielten Beeinflussung von Morphologie und Funktionalisierung. Dies reicht von der makroskopischen Formgebung bis hin zur Strukturierung in den Nanobereich. Neben Kieselgel stehen noch verschiedene kristalline Typen wie Zeolithe bzw. Molekularsiebe zur Auswahl, die für fast jede Anwendung im molekularen Bereich ein nahezu ideales Gerüst zur Verfügung stellen.

Obwohl die Kenntnis dieser Möglichkeiten weit verbreitet ist, bleibt es in vielen Applikationsgebieten häufig beim Traum vom maßgeschneiderten Sorbens für die eigene Anwendung – zu groß scheinen die Hürden zum Aufbau einer eigenen Forschungs- und Messinfrastruktur oder zur Aneignung des notwendigen Know-hows.

Und hier steht die ZetA bereit. Als unabhängiges Dienstleistungslabor und mit klarem wirtschaftlichem Interesse unterstützen wir Sie - ganz ohne Publikationszwang – gezielt und sehr effizient bei der Entwicklung Ihres maßgeschneiderten Sorbenten.

„ZetA“ als Partner bei der Materialentwicklung

...im Mittelpunkt steht Ihre Applikation

Basis der Entwicklung eines Sorbenten oder heterogenen Katalysators ist zunächst eine möglichst gute Vorstellung der beteiligten Spezies und der gewünschten Randbedingungen. Im Rahmen verschiedenster Projekte haben wir ein gutes Gespür dafür entwickelt, welche morphologischen Anforderungen sich für bestimmte Anwendungsgebiete anbieten und können so gezielt aussichtsreiche Basismaterialien als Gerüstmaterial für die Entwicklung vorschlagen.

Die eigentliche Wechselwirkung bzw. der gewünschte Prozess findet an der Oberfläche des Sorbenten statt. Daher muss diese entsprechend modifiziert werden. Dies ist gerade - aber nicht nur - bei Verwendung von SiO_2 als Gerüstmaterial mit überschaubarem Aufwand darstellbar. Außerdem besteht eine besondere Vielfalt an Möglichkeiten, die Eigenschaften der Oberfläche gezielt zu beeinflussen.

Dies reicht vom Einbau von Fremdatomen während der Synthese (z.B. bei Zeolithen oder bei Hybridmaterialien) über verschiedene postsynthetische Nachbehandlungen zu Hydrophilisierung oder Hydrophobisierung (z.B. bei chromatographischen Sorbentien) bis hin zur Polymerbeschichtung.

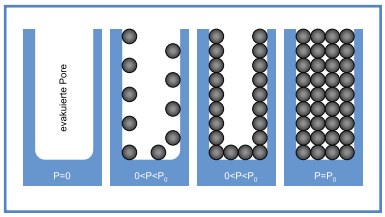
Dies ergibt meist schon nach wenigen Versuchen ein effektives funktionstüchtiges Material, das in weiteren Schritten noch weiter optimiert werden kann. Im Unterschied zu Hochdurchsatzverfahren ist die Materialentwicklung mit der ZetA jedoch kein Fischen im Trüben, sondern dank intelligenter Materialauswahl ein gezielter Prozess mit ausgezeichneten Erfolgsaussichten.

Untersuchungen aus dem Vakuum

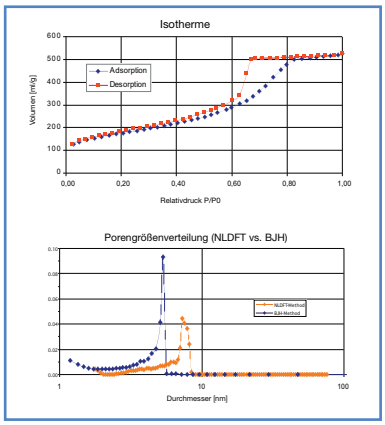
Traditionelle Oberflächen- und Porenuntersuchungen bis in den sub-nm-Bereich

Gassorptionsanalyse: Stickstoffsorption / Argonsorption

Messprinzip: bei der **Gassorptionsanalyse** wird eine Probe zunächst im Vakuum auf die Temperatur des flüssigen Adsorbats gebracht - bei Stickstoff 77 K oder bei Argon 87 K. Anschließend wird sukzessive Adsorbat in den Probenraum zudosiert und nach Einstellung des Gleichgewichts der resultierende Druck gemessen. Die obere Grenze der Methode wird durch den Sättigungsdruck definiert. Dies ergibt den Adsorptionsast der **Isotherme**, bei der die Menge an Adsorbat gegen den Relativdruck aufgetragen wird. Anschließend wird sukzessive das Adsorbat entfernt, wodurch sich der Desorptionsast ergibt. Basis für die Auswertung ist die Annahme, dass die Dicke der abgelagerten Adsorbatschicht mit zunehmendem Relativdruck zunimmt, wodurch unter Zuhilfenahme von entsprechenden Porenmodellen die Bestimmung der **spezifischen („BET-“)Oberfläche**, die **Porengröße** und **Porenverteilung** zugänglich ist. Besonders empfehlenswert ist die Verwendung von Argon als Adsorbat aufgrund der geringeren Wechselwirkungen mit der Oberfläche.

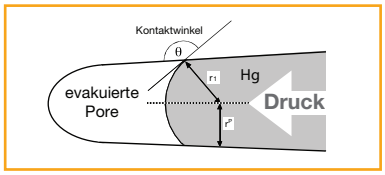


Auswerteverfahren & Messbereich: für die Gassorptionsanalyse steht eine Fülle von Auswertungsmethoden zur Verfügung. Dazu gehört sowohl die Bestimmung der **spezifischen Oberfläche** nach **BET** oder die Bestimmung von **Porenvolumen** und **Porenverteilung** nach **BJH**, die auf der **Kelvin-Gleichung** beruhen und vor allem für vergleichende Beurteilungen bestens geeignet sind. Besonders für die Materialentwicklung interessant sind Verfahren, die spezifische Wechselwirkungen berücksichtigen wie etwa die **NLDFT-Methode**. Die Gassorption erlaubt die Untersuchung von **Meso-** und **Mikroporen** nach IUPAC - also im Bereich von 0,4 nm bis etwa 50 nm. Die Methode eignet sich zur zuverlässigen Bestimmung der **BET-Oberfläche** von Materialien ab etwa ca. 0,1 m^2/g und reicht bis hin zu mehreren tausend m^2/g.

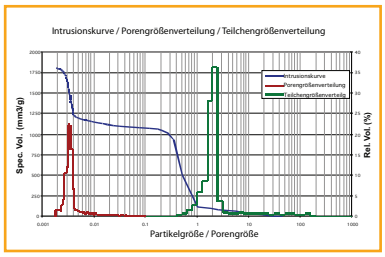


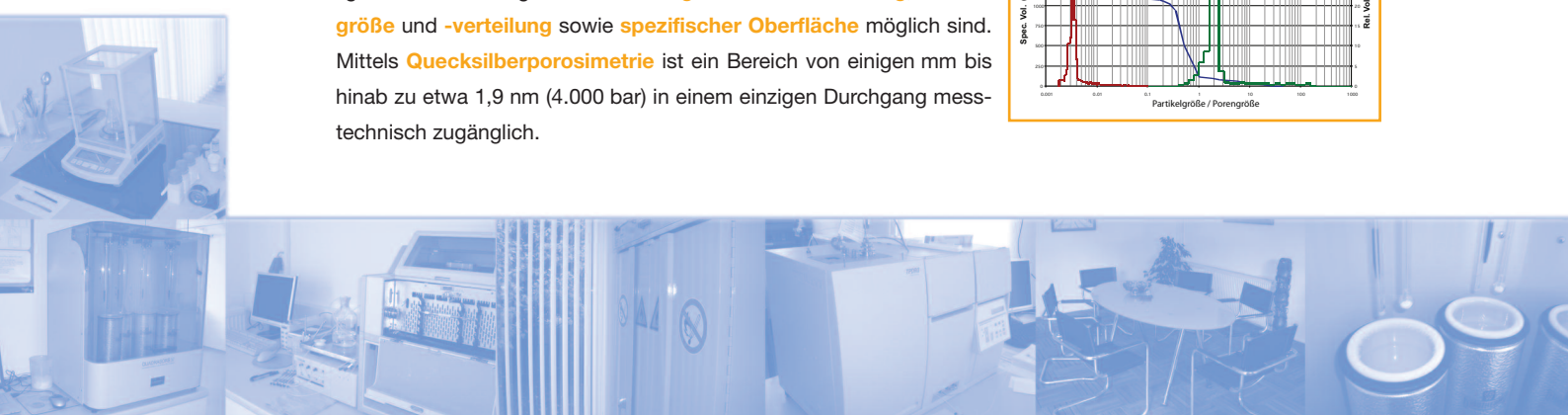
Quecksilberintrusion

Messprinzip: bei der **Quecksilberintrusion** oder **Quecksilberporosimetrie** wird eine Probe in eine Messzelle verbracht, auf 25 °C temperiert und anschließend evakuiert. Bei der eigentlichen Messung wird Quecksilber in die Probenzelle gepresst und das Volumen gegen den Druck aufgezeichnet, woraus die **Intrusionskurve** bestimmt wird. Hierbei wird ausgenutzt, das Quecksilber als nichtbenetzende Flüssigkeit erst durch Druck in poröse Materialien eingebracht werden kann, wodurch unter Kenntnis des Kontaktwinkels und der Annahme einer bekannten Porengeometrie eine direkte Korrelation zwischen angelegtem Druck und Porengröße gegeben ist.



Auswerteverfahren & Messbereich: alle Auswertungen basieren auf der **Washburn-Gleichung**, wobei unter Kenntnis des Kontaktwinkels, der Oberflächenspannung und der vermuteten Porengeometrie der jeweiligen Probe Aussagen zu **Teilchengröße** und **-verteilung**, **Porengröße** und **-verteilung** sowie **spezifischer Oberfläche** möglich sind. Mittels **Quecksilberporosimetrie** ist ein Bereich von einigen mm bis hinab zu etwa 1,9 nm (4.000 bar) in einem einzigen Durchgang messtechnisch zugänglich.





*Gassorptionsmessungen mittels Stickstoff bei 77K** — *EUR*

GN1 BET-Oberfläche (5-Punkt) **DIN ISO 9277 / EuPh 2.9.26 / USP <846>** — ab 125,--
Bestimmung der spezifischen Oberfläche mittels Stickstoffsorption bei 77 K (5-Punkt-Messung) gemäß DIN ISO 9277 (volumetrische Methode); Mindestoberfläche 1 m^2 in der Probenzelle

GN4 Mikroporenvolumen / -oberfläche / BET-Oberfläche **DIN 9277 / 66134** / **ISO 15901-2 & -3** — ab 225,--
Auswertung nach t-Methode oder Dubinin-Radushkevic gemäß DIN 66135-3 (volumetrische Methode); inklusive BET-Oberflächenbestimmung (DIN ISO 9277) mittels Stickstoffsorption bei 77 K (5-Punkt-Messung), Mindestoberfläche 1 m^2 in der Probenzelle

GN5 Mesoporenanalyse / BET-Oberfläche / Mikroporenvolumen **DIN 9277 & 66134** / **ISO 15901-2 & -3** — ab 290,--
40 Punkte Ad-/ 39 Punkte Desorption; Porengrößenverteilung gemäß BJH-/DFT-Methode (DIN 66134); inklusive Porenvolumen und BET-Oberflächenbestimmung (DIN ISO 9277) mittels Stickstoffsorption bei 77 K, Mindestoberfläche 1 m^2 in der Probenzelle; alternativ Auswertung nach weiteren Methoden

GNM Mikroporenanalyse **DIN 9277 & 66134 & 66135** / **ISO 15901-2 & -3** — ab 725,--
Mikroporengrößenverteilung nach geeignetster Methode entsprechend Kundenanforderung (DR, DA, HK, SF, NLDFT, GCMC) auf Grundlage DIN 66135 Teil 1 bis 4 mittels Stickstoffsorption bei 77 K, Mindestoberfläche 1 m^2 in der Probenzelle

GN+ Mikroporen- und Mesoporenanalyse **DIN 9277 & 9277 & 66135** / **ISO 15901-2 & -3** — ab 925,--
70 Punkte Adsorption / 19 Punkte Desorption; Mikroporen- und Mesoporengrößenverteilung nach geeignetster Methode entsprechend Kundenanforderung (BJH, DR, DA, HK, SF, NLDFT, GCMC) auf Grundlage DIN 66135 Teil 1 bis 4 mittels Stickstoffsorption bei 77 K, Mindestoberfläche 1 m^2 in der Probenzelle

** Alle Untersuchungen führen wir auf Wunsch auch mit Argon bei 77 K oder 87 K durch. Bitte erkundigen Sie sich.*

Gassorptionsmessungen mit weiteren Prüfgasen

GK1 BET-Oberflächenbestimmung (5-Punkt) mittels Krypton für kleine Oberflächen — ab 215,--

GCM Mikroporenanalyse an Kohlenstoffen mittels Kohlendioxid — ab 340,--
Porengrößenverteilung nach geeignetster Methode entsprechend Kundenanforderung

GSX Kundenspezifische Messprotokolle und spezifische nicht-korrosive Prüfgase — Anfrage

Volumenspezifische Oberfläche - Charaktersierung von Nanomaterialien

VSSA „Volume Specific Surface Area of Manufactured Nanomaterials" - OECD Test Guideline No. 124 — ab 290,--
Bestimmung der Volumenspezifischen Oberfläche aus BET-Oberfläche und Skelettdichte mittels Stickstoffsorption (ISO 9277) und Gaspyknometrie (DIN 66137-2) zur Charakterisierung von Nanomaterialien

Quecksilberporosimetrie

Q01 Porengrößenverteilung/Porenvolumen mittels Quecksilberintrusion **DIN 66133 / ISO 15901-1** — ab 280,--
Bestimmung von Porendurchmesser, Porenvolumen und Porengrößenverteilung gemäß DIN 66133; inklusive Aufzeichnung der Extrusion zur weitergehenden Beurteilung der Probenstruktur

Q02 Erweiterte Quecksilberporosimetrie inklusive Dichtebestimmung *wie Q01, jedoch zusätzlich Heliumpyknometrie als Basis zur Bestimmung der Rohdichte (DIN 66137) und Porosität in %* — Anfrage

Q0X Weitere Auswertemethoden sowie Methodenvergleiche und Probenbeurteilung — Anfrage

Weitere Untersuchungen auf Anfrage. Alle Preisangaben in EUR zzgl. gesetzl. MwSt. Preisänderungen und Irrtum vorbehalten.

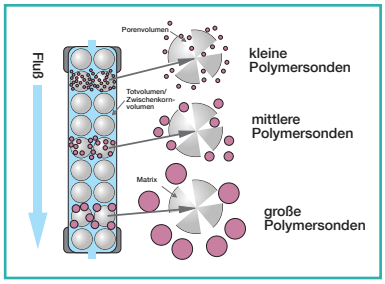
Untersuchungen in Kontakt mit flüssiger Phase

Chromatographische Methoden: Wechselwirkungen, Porensystem...

Probenvorbereitung: zur Untersuchung werden Materialproben in chromatographische Säulen gepackt, wo diese als stationäre Phase im direkten Kontakt mit einer quasi beliebigen mobilen Phase untersucht werden. Die Ausnutzung verschiedener Wechselwirkungen mit der aktiven Oberfläche ergibt vielfache Möglichkeiten zur Untersuchung der Materialeigenschaften unter gut definierten Bedingungen. Die hier vorgestellten Untersuchungsmethoden sind nicht alleine auf Materialien für die Chromatographie beschränkt, sondern eignen sich aufgrund ihrer Empfindlichkeit für ein großes Spektrum an unterschiedlichsten Sorbentien.

Inverse Größenausschlußchromatographie

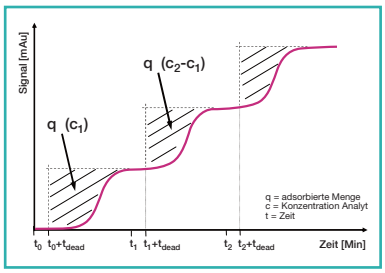
Messprinzip: bei der **inversen Grössenausschlußchromatographie** (**ISEC**) fungieren eng verteilte **Polymerstandards** bekannter Größe als Sondenmoleküle. Durch die Wahl der chromatographischen Bedingungen werden Wechselwirkungen mit der Oberfläche der stationären Phase weitestgehend elimimiert, so dass die Retentionszeiten nur vom zugänglichen Porenvolumen der jeweiligen Sonden abhängen. Große Sondenmoleküle eluieren früher als kleine, da diese auch in kleinere Poren eindringen können und denen somit mehr Volumen zur Verfügung steht. Die Auftragung der Messergebnisse erfolgt in Form von **Kapazitätsfaktor K_{ISEC}** (entspricht dem relativen Elutionsvolumen) gegen den Trägheitsradius der Sondenmoleküle.



Auswerteverfahren & Messbereich: die Auswertung setzt die Kenntnis der Größe der Polymermoleküle im jeweiligen Lösungsmittel und Annahmen zur Porengeometrie voraus. In den meisten Fällen werden zylindrische Poren bei paralleler Porengeometrie zur Auswertung herangezogen. Mit Hilfe der gemessenen Retentionszeiten erhält man dann Informationen zu **Porenverteilung** von **Meso-** bis **Makroporen** mitsamt **Porenvolumen**. Durch die Bestimmung im Kontakt mit der mobilen Phase empfiehlt sich diese Methode auch für die Charakterisierung von **porösen Polymeren** oder **Membranmaterialien** in gequollenem Zustand und unter frei wählbarer Temperaturen. Durch Vergleich der Messwerte in verschiedenen Lösemitteln ist dann der Einfluss des **Quellverhaltens** auf das **Porensystem** zugänglich.

Adsorptionsisothermen mittels Frontalanalyse

Messprinzip: die Bestimmung von **Adsorptionsisothermen** gelingt in chromatographischen Experimenten aufgrund des intensiven Kontaktes mit der stationären Phase und der ausgezeichneten Durchmischung besonders schnell und mit hoher Reproduzierbarkeit. Für die Bestimmung mittels **Frontalanalyse** empfiehlt sich beispielsweise die **Staircase-Methode**. Hierbei wird nach Konditionierung mit reinem Lösungsmittel zu definierten Zeitpunkten stufenweise die Konzentration des Adsorbats erhöht, wobei der **Durchbruch** der **Adsorbatfront** in Form einer deutlichen Stufe im Chromatogramm erkennbar ist.



Auswertung: aus der Zeitspanne von der Konzentrationserhöhung bis zum **Durchbruch** (unter Berücksichtigung des Totvolumens) ergibt sich durch Multiplikation mit der Konzentration direkt die Menge an aufgenommenem Adsorbat. Somit erhält man direkt die **Adsorptionsisotherme** unter den jeweiligen sehr gut definierten chromatographischen Bedingungen.

Probenvorbereitung Chromatographie (erforderlich für alle Untersuchungen)

I0P Standard-Säulenfüllung L x ID: 150 x 4,0 mm — ab 290,--
benötigt werden etwa 1 g chromatographische Materialien, die mittels einer trockenen Packprozedur ohne Anspruch auf optimale Säulenpackung befüllt werden.

IXP Säulenfüllung weitere Dimensionen / andere Materialien — Anfrage
diverse Säulenlängen von 50 bis 250 mm stehen zur Verfügung mit Innendurchmessern von 2,1 - 3,0 - 4,0 - 4,6 - 8,0 - 20 mm. Dadurch kann die benötigte Probenmenge entsprechend reduziert werden. Klassierte chromatographische Materialien packen wir auf Basis eines Festpreises nach Angebot und gerne auch nach Kundenvorschrift. Für andere Materialien kann bedarfsabhängig auf Anfrage eine spezifische Packprozedur entwickelt werden. Bitte fragen Sie uns nach den Konditionen.

Hochauflösende Inverse Größenausschlußchromatographie

I01 Polystyrolstandards in THF — ab 910,--
die Bestimmung erfolgt mittels 20+ gut definierten Polystyrolstandards in THF. Die Auswertung mittels des parallelen Porenmodells (PPM-Methode) erfolgt standardmäßig auf Basis der Peak-Maximum-Methode.

I02 Polystyrolstandards in Dioxan — ab 1.300,--
die Bestimmung erfolgt mittels 20+ gut definierten Polystyrolstandards in Dioxan. Die Auswertung mittels des parallelen Porenmodells (PPM-Methode) erfolgt standardmäßig auf Basis der Peak-Maximum-Methode

I04 Auswertung auf Basis der Peak-Flächenmethode — Anfrage

IXL Polystyrolstandards in anderen Lösemitteln — Anfrage

IXS Andere Polymerstandards / Lösemittel-Kombinationen — Anfrage

Adsorptionsisotherme aus Durchbruchskurven / Frontalanalyse

HPA Bestimmung der Adsorptionsisotherme aus Durchbruchskurven / Staircase-Methode — Anfrage
Bestimmung anhand des point of deflection, standardmäßig mit 10 Konzentrationsstufen inklusive Bestimmung der desorbierten Menge; Bestimmung von Adsorptionskapazität oder Wechselwirkungsparametern nach geeignetster Methode nach Kundenwunsch. Der Preis ist insbesondere bei der Messung von Adsorptionsisothermen von Biopolymeren oder ähnlichem stark abhängig von dem gewünschten Analyten und der mobilen Phase, die stets entsprechend Kundenvorgaben ausgewählt werden.

Untersuchung auf spezifische Wechselwirkungen

HPW Bestimmung spezifischer Wechselwirkungen mittels HPLC — Anfrage
Bestimmung anhand der relativen Peakmaxima geeigneter Analyten. Die Auswahl von mobiler Phase und Analyten erfolgt nach Kundenanforderung und Kundenwunsch.

Untersuchung von Desorptionsphenomenen in Kontakt mit flüssiger Phase

DSL Untersuchung von Desorptionsphenomenen („Auswaschen / Bluten“) mittels HPLC — Anfrage
Untersuchung des Gehalts von Komponenten als Analyten in den Auslauglösungen mittels HPLC. Die Auswahl von Auslaugbedigungen, mobiler Phase und interessierender Analyten erfolgt nach Kundenanforderung und Kundenwunsch in enger Abstimmung.

DSG Untersuchung von auslaugbaren Substanzen mittels Headspace-GC — Anfrage
Untersuchung des Gehalts von auslaugbaren Komponenten oder auch Rest-Monomeren in löslichen Polymeren als Analyten in den Auslauglösungen mittels Headspace-GCC. Die Auswahl von Auslaugbedigungen, mobiler Phase und interessierender Analyten erfolgt nach Kundenanforderung und Kundenwunsch in enger Abstimmung.

Weitere Untersuchungen auf Anfrage. Alle Preisangaben in EUR zzgl. gesetzl. MwSt. Preisänderungen und Irrtum vorbehalten.

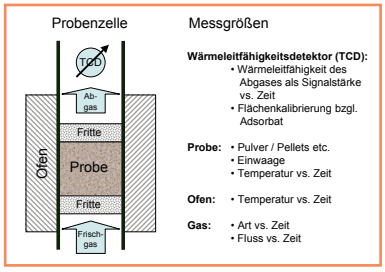
Untersuchungen im Kontakt mit der Gasphase

Ad- und Desorptionsprozessen unter realitätsnahen Bedingungen

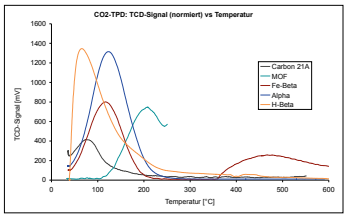
Messungen in definierter Gasatmosphäre entsprechen in vielen Anwendungsgebieten anorganischer Sorbentien dem direkten Anwendungsfall. Seien es nun heterogene Katalysatoren oder Sorbentien für die Luftreinigung - dynamische Untersuchungsmethoden weisen eine hohe Relevanz mit der geplanten Anwendung auf. Dabei handelt es sich generell um integrale Methoden, mit denen der Einfluß kinetischer Effekte ebenso meßtechnisch zugänglich ist. Damit hat der Entwickler ein Instrument in der Hand, das sowohl auf Änderungen der Morphologie wie beispielsweise durch unterschiedliche Formgebungsprozeduren als auch der Oberflächenchemie der Sorbentien reagiert. Mit Hilfe von speziellen Messzyklen unter Pulsbeladung lässt sich hiermit die Reproduzierbarkeit von Ad-/Desorptionsprozessen sowie Adsorptionsisothermen unter dynamischen Bedingungen ermitteln.

Temperaturprogrammierte Sorptionsverfahren

Messprinzip: bei **temperaturprogrammierten Sorptionsverfahren** wird eine Materialprobe in einer temperierbaren Messzelle von einer definierten Gasatmosphäre - bestehend aus Adsorbat und einem Inertgas - durchströmt. Nach Durchgang durch die Probenzelle wird dessen Zusammensetzung mittels eines **Wärmeleitfähigkeitsdetektors** (**TCD**) oder wahlweise eines **MS-Detektors** bestimmt. Das Messprotokoll ist abhängig von der gewünschten Information: bei der **temperaturprogrammierten Desorption** (**TPD**) wird eine unter definierten Bedingungen beladene Materialprobe im Schutzgasstrom mit Hilfe eines Temperaturgradienten bis maximal 1.100 °C ausgeheizt, wobei die desorbierte Menge und die jeweilige Temperatur aufgezeichnet werden. Mittels **Pulssorption** oder **Chemisorption** kann beispielsweise die adsorbierte oder chemisorbierte Menge eines gewünschten Stoffes bei einer nahezu beliebigen Temperatur bestimmt werden. Eine Besonderheit dieser Methode ist die variable Messanordnung, mit deren Hilfe auf sehr unterschiedliche Aufgabestellungen reagiert werden kann. So können Untersuchungen zur Zyklenstabilität oder Durchbruchskurven mit sehr geringen Einwaagen realisiert werden.



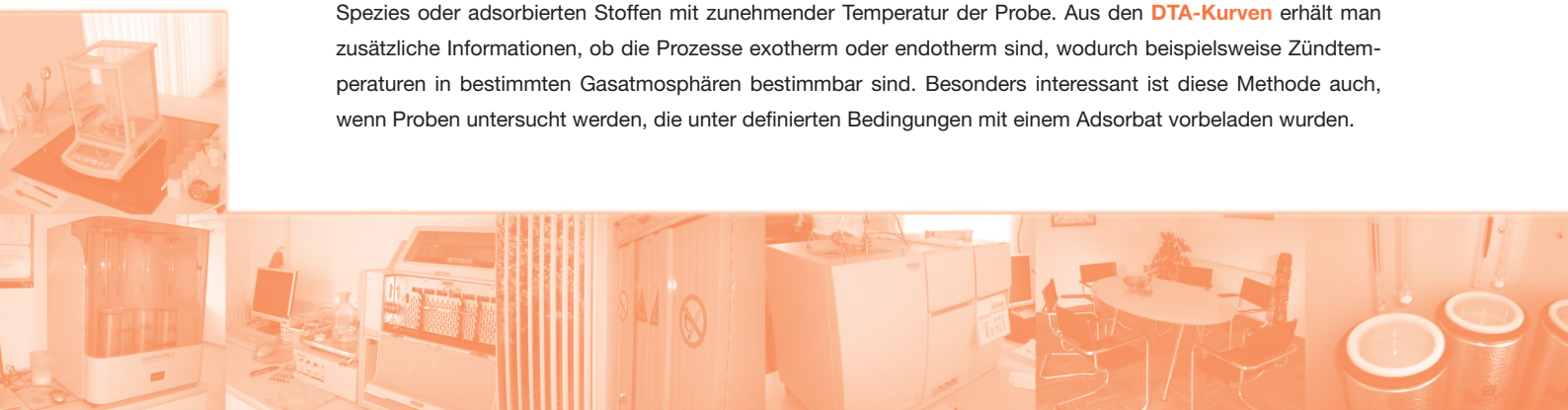
Auswertung: **TPD/R/O** und **Chemisorptionsmessungen** geben Aufschluss über unterschiedliche Materialeigenschaften, die stark an der jeweiligen Anwendung orientiert sind. Neben der reinen Menge an ad- oder desorbierten Stoffen können qualitative und quantitative Aussagen getroffen werden über unterschiedlich starke Bindungen, wobei nur **aktive Bindungszentren** berücksichtigt werden. Mit Ammoniak als Adsorbat gelingt etwa die Untersuchung von sauren Zentren (**Ammonia-TPD**); Kohlendioxid dient zur Evaluierung von alkalischen Bindungszentren (**CO_2-TPD**) und mit Hilfe von Kohlenmonoxid, Lachgas oder Wasserstoff gelingt die direkte Bestimmung der **aktiven Oberfläche, Metalldispersität** oder **Clustergöße** von mit Edelmetall beschichteten Katalysatorträgern per Chemisorptionsuntersuchung.



Thermogravimetrie

Messprinzip: bei der **Thermogravimetrie** wird eine Probe in definierter Gasatmosphäre erhitzt und die resultierende Gewichtsänderung (**TG**) sowie der zugehörige Energieeintrag (**DTA**) gemessen. Dabei kann sowohl der Temperaturgradient als auch die Gasatmosphäre variiert werden.

Auswertung: **TG-Kurven** geben direkten Aufschluss über den Verlauf des reinen Massenverlustes von bestimmten Spezies oder adsorbierten Stoffen mit zunehmender Temperatur der Probe. Aus den **DTA-Kurven** erhält man zusätzliche Informationen, ob die Prozesse exotherm oder endotherm sind, wodurch beispielsweise Zündtemperaturen in bestimmten Gasatmosphären bestimmbar sind. Besonders interessant ist diese Methode auch, wenn Proben untersucht werden, die unter definierten Bedingungen mit einem Adsorbat vorbeladen wurden.



Temperaturprogrammierte Desorption (TPD) — *EUR*

TP1	Temperaturprogrammierte Desorption von Ammoniak (Standardprotokoll bis 650 °C) *Fingerprint zur vergleichenden Bewertung der Acidität von Proben*	ab 240,--
TP2	Temperaturprogrammierte Desorption von Kohlendioxid (Standardprotokoll bis 650 °C) *Fingerprint zur vergleichenden Bewertung der Basizität von Proben*	ab 240,--
TPM	Temperaturprogrammierte Desorption (mittels MS-Detektor) von Ammoniak (Standardprotokoll bis 650 °C) *zur Bewertung der Basizität von Proben*	Anfrage
TPX	Kundenspezifische Desorptionsmessungen, Beladung beim Kunden oder nach Vorgabe, Verfolgung mittels WLD- oder MS-Detektor (bis zu 6 Massenzahlen 1-150 amu)	Anfrage

Die Lieferung der Messdaten erfolgt als Maschinenreport oder als Excel-Datei, die auf Wunsch nach kundenspezifischen Vorgaben formatiert werden.

Chemisorption (TPR / TPO / Pulssorption)

TC1	Temperaturprogrammierte Reduktion (TPR) *Evaluierung von Proben wie beispielsweise heterogene Katalysatoren in reduktiver Gasatmosphäre (5% H_2 in Ar) nach kundenspezifischen Vorgaben*	ab 295,--
TC2	Temperaturprogrammierte Oxidation (TPO) *Evaluierung von Proben wie Aktivkohlen oder Carbide in oxidativer Gasatmosphäre (O_2 ...) nach kundenspezifischen Vorgaben*	Anfrage
TCO	Chemisorptionsanalyse mittels Pulssorption von CO (DIN 66136-3) *Bestimmung der aktiven Metalloberfläche von Edelmetall-Katalysatoren, Dispersität, mittlere Kristallitgröße, inklusive Probenvorbehandlung nach kundenspezifischen Vorgaben; weitere Prüfgase auf Anfrage*	ab 535,--
TNO	Chemisorptionsanalyse mittels Pulssorption von N_2O („Lachgastitration“, DIN 66136-3) *Bestimmung der aktiven Metalloberfläche von Cu-Katalysatoren o.ä., Dispersität, mittlere Kristallitgröße, inklusive Probenvorbehandlung nach Vorgabe*	ab 535,--
TCH	Chemisorptionsanalyse mittels Pulssorption von H_2 (DIN 66136-3) *Bestimmung der aktiven Metalloberfläche von Edelmetall-Katalysatoren, Dispersität, mittlere Kristallitgröße, inklusive Probenvorbehandlung nach Vorgabe*	ab 535,--
TCX	weitere Analysemöglichkeiten und Vorbehandlungen nach kundenspezifischen Vorgaben	Anfrage
TZX	Zyklenuntersuchungen durch Pulsbeladung mit anschließender Desorption zur Lösung kundenspezifischer Fragestellungen: Zyklenstabilität, Adsorptionsisotherme etc. Messung von Durchbruchskuren mittels schneller Pulssorption - auch in feuchter Atmosphäre	Anfrage

Untersuchung der Multi-Komponenten Desorption in der Gasphase - HS-GC

TSG	Untersuchung von Multi-Komponenten Desorptionsphenomenen mittels Headspace-GC *Untersuchung von Multi-Komponenten Systemen mittels Headspace-GC nach Auheizen auf definierte Temperaturen. Die Auswahl der Bedingungen erfolgt nach Kundenanforderung und Kundenwunsch in enger Absprache.*	Anfrage

Weitere Untersuchungen auf Anfrage. Alle Preisangaben in EUR zzgl. gesetzl. MwSt. Preisänderungen und Irrtum vorbehalten.

Weitere Meßmethoden

Damit stimmt nicht nur die Chemie...

Röntgenpulverdiffraktometrie		*EUR*
X01	Röntgenpulverdiffraktometrie mit $Cu_{k\alpha}$ / Winkelbereich: 5° - 45° = 2 τ	Anfrage
X0X	Erweiterter Winkelbereich, spezielle Messprotokolle, Kristallitgröße nach Debye-Scherrer etc.	Anfrage

Elementaranalyse		
E01	Bestimmung von C, H, N in % durch Verbrennen im O2-Strom gemäß DIN 51732	Anfrage
E02	Bestimmung von C, H, N, S, O in %	Anfrage
E0A	quant. Elementbestimmung nach Aufschluß mittels ICP/OES gemäß DIN EN ISO 11885 (E22)	Anfrage
RFA	quant. Elementscreening mittels RFA gemäß DIN EN 15309	ab 185,--
E0X	weitere Bestimmungsmethoden, Spurenanalytik, Veraschung etc	Anfrage

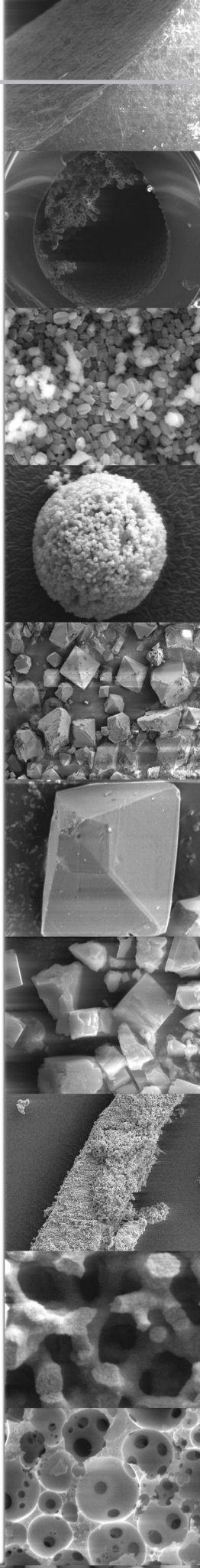
Bulkparameter		
PYK	Dichte (wahre Dichte / Skelettdichte) gem. DIN 66137-2 / ISO 12154 mittels Gaspyknometrie (He)	ab 100,--
SD0	Schüttdichte nach DIN ISO 60	ab 60,--
SWT	Schüttwinkel gem. DIN ISO 4324 (Trichterverfahren)	ab 80,--
SV1	Korngrößenverteilung mittels Siebanalyse gemäß DIN 66165	ab 205,--
TrV	Hygroskopische Feuchtigkeit - Trocknungsverlust bei 106 °C nach DIN 51718	ab 55,--
TrV30	Grobe Feuchtigkeit - Trocknungsverlust bei 30 °C nach DIN 51718	ab 55,--
WRV	Wasserrückhaltevermögen gemäß ISO 23714:2014-01)	Anfrage
CrS	Bruchhärte (entsprechend DIN 8948 Teil C), Mindestkorngröße 0,5 mm)	Anfrage

Zetapotenzial		
Z01	Zetapotenzialmessung mit Elektroakustik-Spektrometer *Messung des kolloidalen Vibrationsstromes mit Zetapotenzialberechnung in Originalkonz. der Probe bis 50 Vol.-%*	Anfrage
ZpH	Zetapotenzialmessung als Funktion des pH-Wertes (Titration) *wie Z01, jedoch zusätzlich Messung bei unterschiedlichen pH-Werten (möglicher Bereich von pH 0,5 bis 13,5) und Ermittlung des isoelektrischen Punktes*	Anfrage

Lasergranulometrie		
LG1	Partikelgrößenverteilung mittels Laserbeugungsmethode in Wasser *Bestimmung von Partikelgrößenverteilungen gemäß ISO 13320-1 in Wasser. Messbereich 100 nm bis 2 mm. Probenvorbehandlung nach Absprache*	110,--
LG2	Partikelgrößenverteilung mittels Laserbeugungsmethode Trockenmessung *Bestimmung von Partikelgrößenverteilungen gemäß ISO 13320-1 als Trockenmessung. Messbereich 100 nm bis 2 mm. Probenvorbehandlung nach Absprache*	130,--
Lgi	Partikelgrößenverteilung mittels Laserbeugungsmethode in Isopropanol *Bestimmung von Partikelgrößenverteilungen gemäß ISO 13320-1 in Isopropanol. Messbereich 100 nm bis 2 mm. Probenvorbehandlung nach Absprache*	130,--
DLS	Partikelgrößenverteilung mittels dynamischer Lichtstreuung in Suspension *Messbereich: ca. 0,5 nm-10 µm. Probenvorbehandlung nach Absprache*	ab 250,--
LGX	Partikelgrößenverteilung mittels Laserbeugungsmethode in weiteren Dispergiermitteln	Anfrage

Weitere Untersuchungsmethoden wie NMR, IR, XPS etc. auf Anfrage. Gerne unterstützen wir sie bei spezifischen Fragestellungen wie etwa zum Thema Nanomaterialien.

Alle Preisangaben in EUR zzgl. gesetzl. MwSt. Preisänderungen und Irrtum vorbehalten.



Bildgebende Verfahren

...ein Bild sagt mehr als tausend Worte

Rasterelektronenmikroskopie REM

RM1	Rasterelektronenmikroskopisches Probenscreening	ab 395,--
RM3	Auswertung der Korngrößenverteilung aus Übersichtsaufnahmen	Anfrage
RMD	Probenvorbereitung mittels Einbettung in leitfähigem Polymer inklusive Dünnschliff	Anfrage
RMX	schriftlicher Probenbericht gemäß Kundenvorgaben	Anfrage

Die Aufnahmen werden per E-mail im TIFF- oder jedem beliebigem Format zugestellt. Korngrößenverteilungen werden als Excel-Datei nach Kundenvorgaben versandt.

Hochauflösende Rasterelektronenmikroskopie HR-REM

HREM	Hochauflösende Elektronenmikroskopie mit mindestens 5 hochaufgelösten Aufnahmen am HR-REM-Gerät (Spotgröße bis 0,2 nm) inklusive Probenvorbereitung	ab 495,--
Nano	Untersuchung von Proben mittels HR-REM inklusive Probenvorbereitung bezüglich der Einstufung als Nanomaterial mit Auswertung Korngrößenverteilung und Bericht	ab 1.075,--

Elementmapping mittels REM/EDX

RXP	Probenvorbereitung gemäß Aufgabenstellung	Anfrage
RXL	Bestimmung der Elementverteilung bei REM-Aufnahmen als Linescan mittels REM/EDX	Anfrage
RXM	Elementmapping als Flächenscan bei REM-Aufnahmen mittels REM/EDX	Anfrage
RXE	Elementaranalyse mittels EDX	Anfrage
RXX	schriftlicher Probenbericht gemäß Kundenvorgaben	Anfrage

Die Aufnahmen werden wahlweise als Ausdruck oder per E-mail im TIFF- oder jedem beliebigem Format zugestellt. Ergebnisse der Elementverteilungen und Linescans werden als Excel-Tabelle oder TIFF-Files aufbereitet.

Transmissionselektronenmikroskopie TEM

TM1 Transmissionselektronenmikroskopisches Probenscreening ohne Probenvorbereitung — Anfrage

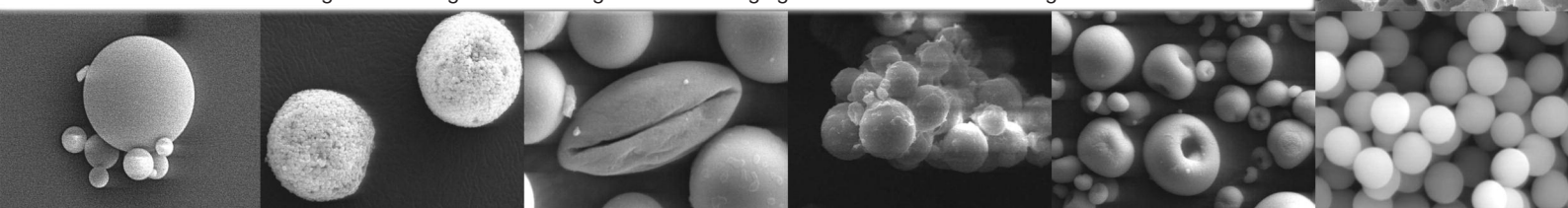
Bestimmung der Morphologie von partikulären Materialien im Bereich < 100 nm wie beispielsweise nanokristalline Materialien die ohne komplexe Probenvorbereitung untersucht werden können

TMX Transmissionselektronenmikroskopisches Probenscreening mit Probenvorbereitung — Anfrage

Die transmissionselektronenmikroskopische Untersuchung erfordert abhängig von der Probenbeschaffenheit und der Fragestellung z.T. sehr komplexe Probenvorbereitungen. Dazu werden die Proben in Harz eingebettet und mittels Mikrotom Dünnschliffe erzeugt die dann untersucht werden. Es bestehen auch Möglichkeiten zur vorherigen Kontrastierung der Proben und der halbquantitativen Bestimmung der Elementverteilung in der Probe. Gerne unterbreiten wir Ihnen ein konkretes Angebot bzw. Kostenvoranschlag auf Basis einer möglichst exakten Proben- und Problembeschreibung.

Die Aufnahmen werden per E-mail im TIFF- oder jedem beliebigem Format zugestellt.

Weitere Untersuchungen auf Anfrage. Alle Preisangaben in EUR zzgl. gesetzl. MwSt. Preisänderungen und Irrtum vorbehalten.



Bestellinformationen Auftragsanalytik

Preisangaben: sämtliche Preisangaben verstehen sich in EUR zzgl. gesetzl. Mehrwertsteuer und sind ohne Gewähr. Preisänderungen und Irrtümer vorbehalten.

Laufzeiten: Proben werden zeitnah und üblicherweise gemäß der Reihenfolge des Eintreffens abgearbeitet. Die Laufzeiten variieren naturgemäß stark in Abhängigkeit von der Meßmethode. Typischerweise werden Proben innerhalb von 5-10 Arbeitstagen abgearbeitet, welche mittels der folgenden Methoden vermessen werden: Gassorptionsanalyse (z.B.: BET-Oberfläche), He-Pyknometrie, Inverse Größenausschlußchromatographie, Lasergranulometrie, TPR, NH_3-TPD, CO_2-TPD, Puls-Chemisorption mittels CO, H_2 und N_2O. Längere Laufzeiten können sich bei einer größeren Anzahl an Proben ergeben - oder wenn komplexe Vorbehandlungen notwendig sind. Prioritätsvorgaben werden gerne berücksichtigt und Ergebnisse auf Wunsch als Teillieferungen vorab per Fax oder E-Mail versandt. Wir informieren Sie vorab, wenn längere Laufzeiten zu erwarten sind, beispielsweise bei hohem Probenaufkommen.

Prioritätserhöhung: auf besonderen Wunsch und nach Absprache arbeiten wir Proben mit erhöhter Priorität ab. Dies macht in der Regel Überstunden erforderlich und wird mit einem bis zu 50 %-igen Aufpreis abgegolten. Bitte erkundigen Sie sich im Bedarfsfall nach den Einzelheiten und der möglichen Laufzeit.

Genereller Ablauf: bitte legen Sie den Proben nach Möglichkeit ein Sicherheitsdatenblatt bei zur sicheren Handhabung und Entsorgung bzw. Rücksendung der Proben. Des Weiteren benötigen wir zu jeder Probe die Angabe der gewünschten Untersuchungsmethodik und - soweit vorhanden - Angaben zur Probenvorbereitung. Im Falle von Unklarheiten werden wir uns bei Ihnen zeitnah melden - daher vergessen Sie bitte nicht uns Ihre direkten Kontaktdaten beizulegen. Auf Wunsch gehen Ihnen die Analysenergebnisse nach erfolgter Auswertung direkt per Fax oder E-Mail zu, wahlweise als Maschinenreport im PDF-Format oder auch als Excel-Datei. Nach einer Wartezeit von mind. 4 Wochen werden die Proben je nach Kundenwunsch zurückgesandt oder entsorgt. Dies ermöglicht bei Bedarf die Durchführung zusätzlicher Messungen.

Rücksendungen: ab einem Netto-Auftragswert von EUR 500,-- ist eine Rücksendung von Proben innerhalb Deutschlands kostenlos, solange es sich nicht um Gefahrgut handelt. Bei einem geringeren Auftragswert berechnen wir eine Versandkostenpauschale von EUR 25,--; Lieferbedingungen ins Ausland auf Anfrage.

Haftungsausschluss: diese Broschüre wurde mit größtmöglicher Sorgfalt erstellt und entspricht unserem Stand der Kenntnisse zum Zeitpunkt der Erstellung. Generell behalten wir uns die Möglichkeit von Druckfehlern und Irrtümern vor, bitte betrachten Sie somit im Zweifelsfalle alle Angaben ohne Gewähr. Gerne erstellen wir Ihnen ein individuelles Angebot für Ihre Messaufgaben. Wir behalten uns alle Rechte an dieser Broschüre vor und bitten Sie vor der Vervielfältigung (auch auszugsweise) um unser Einverständnis. Gerne nehmen wir Anregungen und Hinweise auf Irrtümer oder Druckfehler entgegen.

ZetA Partikelanalytik GmbH
Bischheimer Weg 1
D-55129 Mainz

Tel.: +49-6131/210 31-23
Fax: +49-6131/210 31-24
E-Mail: info@zeta-pa.de

Amtsgericht Mainz Handelsregister B 40792
Geschäftsführer: Dr. Z. Bayram-Hahn, Dr. A. Hahn
USt-Id.Nr.: DE253240386