

# AEROSIL<sup>®</sup> – Pyrogene Kieselsäure

Technical Overview



**AEROSIL<sup>®</sup>**

# AEROSIL® – Pyrogene Kieselsäure

Die Reihe „Grundlagen und Anwendungen von AEROSIL®“ erschien erstmals 1967. Der erste Teil mit dem Titel „Grundlagen von AEROSIL®“ wurde später als Nummer 11 in die Schriftenreihe „Fine Particles“ integriert.

Die nun vorliegende Ausgabe unseres Standardwerks mit dem Titel „AEROSIL® – Pyrogene Kieselsäure“ erscheint bereits in der 8. Auflage und wurde komplett überarbeitet. Sie informiert über die physikalisch-chemischen Eigenschaften und anwendungstechnischen Möglichkeiten von AEROSIL®.

Die seit über 70 Jahren produzierte synthetische Kieselsäure AEROSIL® ist mit 146 Registrierungen in 99 Ländern der Erde ein eingetragenes Warenzeichen der Evonik Industries AG. Evonik bietet seinen Kunden maßgeschneiderte pyrogene Kieselsäure aus mehreren Produktionsstätten weltweit.

In AEROSIL® steckt neben der Erfahrung und dem Forschergeist vor allem eins: eine Value-Added-Produkt-Philosophie. Diese Philosophie steht für exzellente Kundennähe durch ein globales Produktions- und Vertriebsnetzwerk und damit ein Höchstmaß an Sicherheit und Zuverlässigkeit, innovative Technologien, breites Produktportfolio und Innovationskraft, Vertrauen und langjährige Geschäftsbeziehungen und nicht zuletzt das Streben nach kontinuierlicher Verbesserung. Unser Motto: AEROSIL®. Invented to improve.



## **Erfinden.**

„Als Erfinder der pyrogenen Kieselsäure und Innovationstreiber bieten wir das breiteste Produktportfolio. Doch die Suche nach dem Neuen und Besseren geht weiter. Wie groß die Herausforderungen auch sind – für unsere Kunden überschreiten wir immer wieder Grenzen.“



## **Gutes besser machen.**

„Wir bieten Kunden mehr als perfekte Oberflächen. Deshalb verbirgt sich hinter AEROSIL® nicht nur ein Produkt, sondern auch die Erfüllung verschiedenster kunden- und industriespezifischer Anforderungen. Für dieses Versprechen streben wir stetig nach kontinuierlicher Verbesserung.“



## **Nähe.**

„Wir unterstützen unsere Kunden auf der ganzen Welt. Weit über 100 Vertriebsmitarbeiter in den Regionen, global aufgestellte Key Account Teams, lokale Anwendungstechniker und industriespezifische Marketingteams bieten direkte und persönliche Hilfe.“



### **Vertrauen.**

„In über 70 Jahren haben wir uns als verlässlicher Partner erwiesen. Langjährige Geschäftsbeziehungen und hervorragende Qualität haben AEROSIL® zu der führenden Marke für pyrogenes Kieselsäure gemacht. Das Vertrauen unserer Kunden geben wir jeden Tag zurück.“



### **Technik beherrschen.**

„Gute Produkte zum richtigen Zeitpunkt am richtigen Ort: Mit innovativen Technologien, für die unsere Teams aus Produktion, Supply Chain, Forschung und Anwendungstechnik stehen, bieten wir Kunden perfekt auf ihre Bedürfnisse abgestimmte Lösungen. Und setzen so immer wieder neue Maßstäbe.“



### **Sicherheit.**

„Mit unserem globalen Produktions- und Vertriebsnetzwerk bieten wir Kunden ein Höchstmaß an Sicherheit und Zuverlässigkeit. Wir liefern die gewünschte Ware kurzfristig, disponieren um und stehen ihnen jederzeit engagiert zur Seite. Fordern Sie uns.“

# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung</b>	<b>8</b>
1.1 Natürliche Vorkommen	8
1.2 Synthetische amorphe Kieselsäuren	9
1.2.1 Einteilung nach Herstellungsprozessen	
1.2.2 Kieselsäuren der Evonik Industries AG	
1.2.3 Produkte aus pyrogener und nasschemischer Herstellung	
<b>2. Herstellung</b>	<b>16</b>
2.1 Herstellung von hydrophilem AEROSIL®	16
2.2 Herstellung von anderen pyrogenen Metalloxiden (AEROXIDE®)	18
2.3 Mischoxide und Oxidgemische	19
2.4 Oberflächenbehandelte Produkte	20
2.5 Strukturmodifizierung	24
2.6 Granulierung	25
2.7 Dispersionen	26
<b>3. Eigenschaften</b>	<b>32</b>
3.1 Amorpher Aufbau, Reinheit	32
3.1.1 Amorpher Aufbau	
3.1.2 Reinheit	
3.2 Teilchenfeinheit und Oberfläche	34
3.2.1 Agglomerat- und Aggregatgröße mittels Streulichtverfahren	
3.2.2 Teilchengröße und Struktur	
3.2.3 Spezifische Oberfläche	
3.2.3.1 Geometrische Bestimmung der spezifischen Oberfläche	
3.2.3.2 Bestimmung der spezifischen Oberfläche und Porenverteilung durch Gasadsorption	
3.3 Spezielle physikalisch-chemische Daten	43
3.3.1 Wasserlöslichkeit	
3.3.2 Wärmeleitfähigkeit	
3.3.3 NMR-Spektroskopie	
3.3.4 Triboelektrizität	
3.3.5 Brechzahl	
3.3.6 Dichte	
3.3.7 Thermische Stabilität	
3.4 Oberflächenchemie	51
3.4.1 Zwei funktionelle Gruppen bestimmen die Chemie	
3.4.2 Bestimmung der Silanolgruppen-Konzentration	
3.4.2.1 Die Lithiumalanat-Methode	
3.4.3.1 Wasserstoffbrückenbindung	
3.4.3.2 Feuchtigkeitshaushalt	
3.4.3.2.1 Feuchtigkeitshaushalt bei Raumtemperatur	
3.4.3.2.2 Alterung	
3.4.3.2.3 Feuchtigkeitshaushalt bei erhöhten Temperaturen	



<b>4. Produkte</b>	<b>60</b>
4.1 Hydrophile Typen	60
4.2 Oberflächenbehandelte Typen	61
4.2.1 Hydrophobes AEROSIL®	
4.2.2 Funktionalisierte Kieselsäure	
4.2.3 Strukturierte Typen	
4.2.4 Granulierte pyrogene Kieselsäure	
4.2.5 AERODISP® – flüssige AEROSIL® Typen	
4.3 Für die Lebensmittelindustrie	65
4.4 Für die pharmazeutische Industrie	65
<b>5. Anwendungstechnische Effekte</b>	<b>68</b>
5.1 Verstärkung und Kratzfestigkeit	68
5.2 AEROSIL® – ein einfaches Verdickungsmodell	70
5.2.1 Rheologiesteuerung	
5.2.2 Thixotropie	
5.2.3 AEROSIL® als Schwebemittel	
5.3 Fließfähigkeit und Antibackung	73
5.4 Transparenz	75
5.5 Hitzestabilisierung	75
<b>6. Qualität und Produktsicherheit</b>	<b>78</b>
6.1 Qualitätskontrolle	78
6.2 Umweltverhalten	79
6.3 Toxikologie und Arbeitshygiene	79
6.4 Entsorgung	80
6.5 Rechtliche Aspekte	80
6.6 Registrierungsstatus von AEROSIL® Produkten	80
<b>7. Handhabung und Verfügbarkeit</b>	<b>84</b>
7.1 Handhabung von AEROSIL®	84
7.2 Verpackungen für AEROSIL®	85
7.3 Lagerfähigkeit von AEROSIL®	86
7.4 Sicherheitstechnik	87
7.5 Liefersicherheit	88
<b>8. Anhang</b>	<b>92</b>
8.1 Physikalisch-chemische Kenndaten von AEROSIL®	92
8.2 Literaturverzeichnis	96
8.3 Glossar	97

# Sind Sie wie Evonik Feuer und Flamme für Kieselsäure?

## Einleitung

---

- Natürliche Vorkommen
- Synthetische Kieselsäuren

Einleitung

Herstellung

Eigenschaften

Produkte

Anwendungstechnische Effekte

Qualität und Produktsicherheit

Handhabung und Verfügbarkeit

Anhang

# 1. Einleitung

## 1.1 Natürliche Vorkommen

Sauerstoff und Silicium sind mit 46,6 Gew.-% und 27,7 Gew.-% die beiden häufigsten Elemente der Erdkruste. In der Natur ist Silicium fast immer mit Sauerstoff verbunden. Entweder ausschließlich mit Sauerstoff, wie im  $\text{SiO}_2$ , oder wie in Silikaten mit weiteren Elementen. Vertreter der Silikate sind unter anderem die Bentonite (z.B. Montmorillonit  $(\text{Al}_{1,67}\text{Mg}_{0,33})[(\text{OH})_2/\text{Si}_4\text{O}_{10}]\text{Na}_{0,33}(\text{H}_2\text{O})_4$ , der Talk  $\text{Mg}_3[\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2]$  und der Wollastonit  $\text{Ca}_3[\text{Si}_3\text{O}_9]$ ). Die natürlichen Silikate bilden die Rohstoffbasis für wichtige technische Produkte wie Zement, Glas, Porzellan, Ziegel usw.

Silicium kommt auch in der belebten Natur vor. So gibt es eine Reihe von Lebewesen, die siliciumdioxidhaltige Strukturen erzeugen. Bekannteste Vertreter sind die Kieselalgen (Diatomeen), Strahlentierchen (Radiolarien) und Schwämme (Hexactinellida).

Auch viele Pflanzen enthalten in ihren Stängeln und Blättern Siliciumdioxid. Bekannte Beispiele sind der Schachtelhalm und die Bambuspflanze. Durch das aufgebaute Siliciumdioxidgerüst erhalten diese Pflanzen zusätzliche Stabilität.

Gelöste Kieselsäure ist auch in Trinkwasser oder anderen Getränken wie z.B. Bier (Siliciumdioxid aus der Gerste stammend) enthalten. Von Menschen und Tieren wird sie mit der natürlichen Nahrung aufgenommen.

Reines Siliciumdioxid kann amorph oder kristallin auftreten. Wichtige Modifikationen von  $\text{SiO}_2$ , die in der Natur vorkommen, sind in Tabelle 1 zusammengestellt.

Neben den dort genannten Modifikationen gibt es eine Reihe weiterer möglicher Strukturen, in denen  $\text{SiO}_2$  vorliegen kann. Eine detaillierte Übersicht bietet der „Silica“-Artikel in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry [4].

### 1. Kristallin

- **Quarz** häufigste Modifikation, Bergkristall, Quarzsand
- **Tridymit** bildet sich bei höheren Temperaturen
- **Cristobalit** bildet sich bei höheren Temperaturen
- **Coesit** Hochdruckmodifikation, in der Natur sehr selten
- **Stishovit** Hochdruckmodifikation, in der Natur sehr selten

### 2. Amorph

- **Lechatelierit** natürliches  $\text{SiO}_2$ -Glas, durch Schmelzvorgänge bei Blitzschlag gebildet, selten
- **Opale** kein reines  $\text{SiO}_2$ , enthalten Wasser
- **Kieselgur** stammt aus dem  $\text{SiO}_2$ -Gehalt vorzeitlicher Infusorien und Diatomeen, immer verunreinigt

Tabelle 1: Modifikationen von in der Natur vorkommendem  $\text{SiO}_2$

Es ist anzumerken, dass sich - chemisch nicht ganz korrekt - die Bezeichnung Kieselsäure für Siliciumdioxid ( $\text{SiO}_2$ ) eingebürgert und teilweise durchgesetzt hat. Gerade im industriellen Umfeld werden die beiden Begriffe häufig synonym verwendet. Streng genommen sind Kieselsäuren die Sauerstoffsäuren des Siliciums. Die einfachste Kieselsäure ist die Monokieselsäure  $\text{Si}(\text{OH})_4$ , auch Orthokieselsäure genannt. Sie ist eine schwache Säure, die, wie die meisten Kieselsäuren, zur Kondensation neigt.

## 1.2 Synthetische amorphe Kieselsäuren

### 1.2.1 Einteilung nach Herstellungsprozessen

Synthetische Kieselsäuren werden heute in vielen Anwendungen, von einfachen bis hin zu hochtechnischen Prozessen und Produkten, verwendet.

Unterschiedliche Herstellungsverfahren führen zu  $\text{SiO}_2$ -Produkten, die verschiedene Eigenschaften besitzen. Detaillierter wird auf die Produktunterschiede in Kapitel 1.2.3 eingegangen. Eine zweck-

mäßige Einteilung in verschiedene Typen von Herstellungsverfahren zeigt Abbildung 1. Ergänzend wird noch zwischen unbehandelten und chemisch / physikalisch nachbehandelten  $\text{SiO}_2$ -Produkten unterschieden.

Laut der SRI Studie „Silicates and Silicas“, Oktober 2011, wurden 2010 weltweit 144.000 Tonnen pyrogene und 1.400.000 Tonnen gefällte Kieselsäure produziert [5].

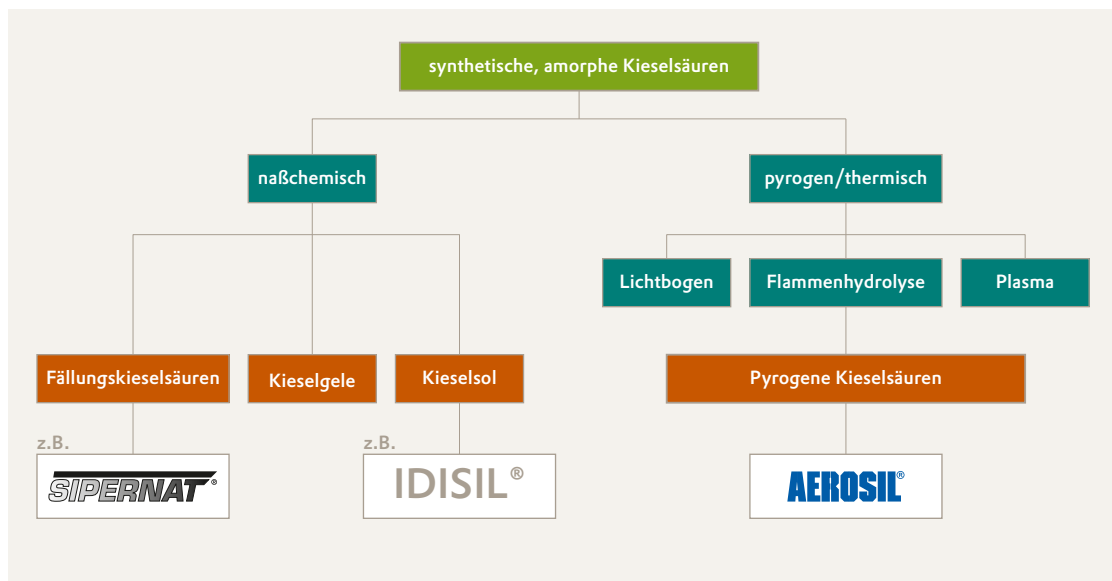


Abbildung 1: Übersicht verschiedener Herstellungsprozesse von Kieselsäuren

### 1.2.2 Kieselsäuren der Evonik Industries AG

Alle von Evonik hergestellten  $\text{SiO}_2$ -Produkte werden auf synthetischem Wege gewonnen und sind röntgenamorph, wie Abbildung 2 am Beispiel von AEROSIL® 200 verdeutlicht. Synthetisch amorphe Kieselsäuren vom Typ AEROSIL® zeichnen sich durch das Fehlen kristalliner Strukturen aus.

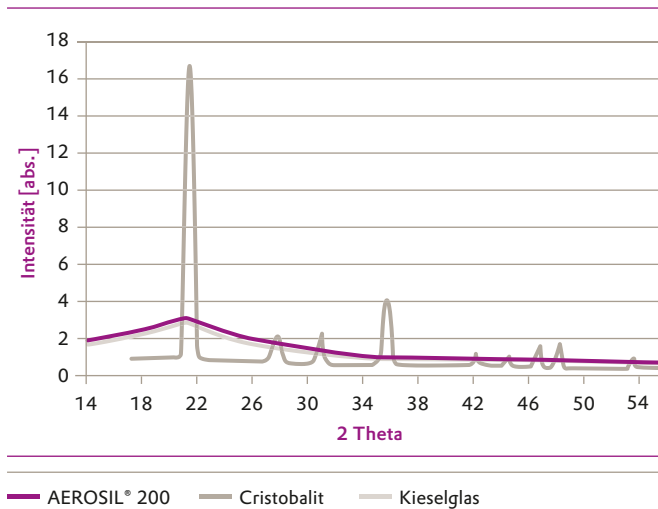
Üblicherweise wird als Bestimmungsmethode auf eine Kombination aus Anreicherung des kristallinen Anteils und Röntgenbeugung zurückgegriffen. Die Nachweisgrenze dieser Methode liegt unter 0,05 Gewichtsprozent und wird für alle Kieselsäuren von Evonik unterschritten. Deshalb gelten diese als komplett amorph.

Zur Herstellung der  $\text{SiO}_2$ -Produkte werden innerhalb der Evonik verschiedene Fällverfahren und Flammprozesse eingesetzt.

Die in Flammprozessen entstehenden Oxide werden pyrogene Oxide genannt. Zu diesen Materialien gehören auch die pyrogenen Siliciumdioxide, die von Evonik hergestellt und unter dem Markennamen AEROSIL® verkauft werden.

Die Idee und die technische Entwicklung der Flammenhydrolyse (Hochtemperaturhydrolyse / AEROSIL-Verfahren), gehen auf den Chemiker Harry Kloepfer der Evonik Industries AG Vorgängergesellschaft Degussa AG zurück. Ziel seiner damaligen Entwicklungs- und Forschungsarbeiten war die Entwicklung eines weißen Füllstoffes für die Reifenindustrie als Ersatz für Industrieruße. Er fand einen Weg, extrem feinteilige Kieselsäure mittels Hochtemperatur-Flammenhydrolyse aus  $\text{SiCl}_4$  zu produzieren, welche später den Markennamen AEROSIL® erhielt. Im Jahre 1941 gelang die erste Kleinproduktion. Heute werden pyrogene Kieselsäuren weltweit an verschiedenen Standorten produziert und vertrieben.

**Abbildung 2**



Röntgendiffraktogramme, die den unterschiedlichen Struktur Aufbau von AEROSIL® einerseits und Cristobalit andererseits aufzeigen. Kieselglas ist ebenfalls „regellos“ aufgebaut

Zur Herstellung der AEROSIL® Produkte betreibt Evonik Industries AG Produktionsstätten in Belgien, Deutschland, Frankreich, Japan, Thailand und den USA.

Zahlreiche Firmenveröffentlichungen der Evonik und ihrer Vorgängergesellschaften verhelfen zu einem umfassenden Produktüberblick. Detailinformationen zu Produkten und Anwendungen sind in Produktinformationen und Technischen Informationsschriften enthalten. Diese, ebenso wie weitere Informationen, können auf [www.AEROSIL.com](http://www.AEROSIL.com) abgerufen werden.

**Tabelle 2 Die Vielzahl einiger Anwendungen auf einen Blick**

Anwendung	Wirkung/Effekt	Beispiele/Industrie
Rohstoff/ Edukt	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Reinheit</li> <li>• Reaktivitätssteuerung</li> <li>• Zusammensetzung</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Brandschutzgläser</li> <li>• Hochreine Gläser</li> <li>• Hochfester Beton</li> <li>• Katalyse</li> <li>• Lichtwellenleiter</li> <li>• LED-Linsen/ sekundäre Linsen für CPV</li> <li>• Pharmazeutische Produkte</li> </ul>
Rheologische Zusatzstoffe	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Anti-Sedimentierung</li> <li>• Dispergierhilfsmittel</li> <li>• Thixotropierung</li> <li>• Verdickung</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Agrochemikalien</li> <li>• Batteriegele</li> <li>• Bohrspülflüssigkeit</li> <li>• Chemische Dübel</li> <li>• Diamantsuspension</li> <li>• Dichtungsmassen</li> <li>• Farbe/Lack</li> <li>• Klebstoffe</li> <li>• Kosmetische Produkte</li> <li>• Lebensmittel</li> <li>• Pharmazeutische Produkte</li> <li>• Rotorblätter für Windkraftwerke</li> <li>• Schmiermittel</li> <li>• Wachse</li> </ul>
Füllstoff	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Antiblocking</li> <li>• Geringe Wärmeleitfähigkeit</li> <li>• Kratzfestigkeit</li> <li>• Verstärkung</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Dichtungsmassen</li> <li>• Folien</li> <li>• Golfbälle</li> <li>• Hochwertige technische Gummiartikel</li> <li>• Isolationsmaterial</li> <li>• Kunststoffbeutel</li> <li>• Lack</li> <li>• Schuhsohlen</li> <li>• Silicon</li> <li>• Thermische Isolation</li> <li>• Zahnfüllmassen</li> <li>• 2-Komponenten- Mörtel und Beton</li> </ul>
Fließhilfsmittel für Pulver Free Flow	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Teilchenseparation</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Agrochemikalien</li> <li>• Feuerlöschpulver</li> <li>• Futtermittel</li> <li>• Kosmetik</li> <li>• Kunststoffgranulat</li> <li>• Lebensmittel</li> <li>• Mahlhilfe</li> <li>• Pharmazeutische Produkte</li> <li>• Pulverdosierung</li> <li>• Pulverlacke</li> <li>• Toner</li> </ul>
Isolationsmaterial	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Feinheit/Porenstruktur</li> <li>• Niedrige Wärmeleitfähigkeit</li> <li>• Niedrige elektrische Leitfähigkeit</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Kabelisolation</li> <li>• Wärmedämmung/ Vakuumisulationspaneele</li> </ul>
Poröse Beschichtung	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Porenbildung</li> <li>• Porenstruktur</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Inkjet Papier</li> <li>• Putz</li> </ul>
Schleif-(hilfs-)mittel	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Abrasion</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• CMP: Chemisch-mechanisches Planarisieren</li> <li>• Glaspolieren</li> <li>• Metallpolieren</li> </ul>
Steuerung triboelektrischer Eigenschaften	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Elektrostatische Aufladung</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Pulverlacke</li> <li>• Toner</li> </ul>

### 1.2.3 Produkte aus pyrogener und nasschemischer Herstellung

Einige grundlegende physikalische Eigenschaften von pyrogenen und aus Lösung hergestellten Kieselsäuren werden in Tabelle 3 verglichen:

**Tabelle 3 Übersicht über wichtige Eigenschaften synthetischer Kieselsäure**

Eigenschaft	Einheit	Pyrogene Kieselsäure	Fällungskieselsäure	Kieselgel	Aerogele
spez. Oberfläche nach BET <sup>1)</sup>	m <sup>2</sup> / g	50 bis 500	30 bis 800	250 bis 1000	250 bis 400
Mittlere Primärteilchengröße	nm	5 bis 50	5 bis 100	3 bis 20	3 bis 20
Aggregat- bzw. Agglomeratgröße	µm	8)	1 bis 40	1 bis 20	1 bis 15
Stampfdichte <sup>2)</sup>	g / l	50 bis 250	50 bis 500	500 bis 1000	50 bis 125
Trocknungsverlust <sup>3)</sup>	%	≤ 3	3 bis 7	3 bis 6	3 bis 5
Glühverlust <sup>4)</sup>	%	3,5 bis 5,5	3 bis 7	3 bis 15	3 bis 5
pH-Wert <sup>5)</sup>		3 bis 5	5 bis 9	3 bis 8	2 bis 5
Porendurchmesser	nm	nicht porös	≥ 30 <sup>7)</sup>	2 bis 20	≥ 25
Porendurchmesser-Verteilung		8)	sehr weit	eng	eng
Diocetyladiolat-Absorption <sup>6)</sup>	ml / 100 g	200 bis 350	175 bis 320	100 bis 350	200 bis 350
Struktur der Aggregate und Agglomerate		überwiegend kettenförmig, verzweigt bzw. höher strukturiert	aggregierte, niedrig strukturiert	äußerst stark agglomeriert, poröse Teilchen	agglomerierte Teilchen (deutlich porös)
Verdickungswirkung		sehr stark ausgeprägt	vorhanden	angedeutet vorhanden	vorhanden

Typische Werte für hydrophile Kieselsäuren

1) in Anlehnung an ISO 9277

2) in Anlehnung an ISO 787 / 11

3) in Anlehnung an ISO 787 / 2

4) in Anlehnung an ISO 3262 / 20

5) in Anlehnung an ISO 787 / 9

6) in Anlehnung an ISO CD 19246

7) in Ausnahmefällen kleiner

8) nicht anwendbar (Stark von der Dispergierbedingung abhängig. Siehe hierzu Kapitel 5.2)

In den gezeigten Eigenschaften gibt es teilweise große Überlappungsbereiche, jedoch werden die Unterschiede besonders hinsichtlich der spezifischen Oberfläche (BET), der Aggregat- und Agglomeratgröße, der Stampfdichte, dem Trocknungsverlust und der Struktur der Aggregate deutlich.

Nasschemisch hergestellte Kieselsäuren werden vermahlen oder sprühgetrocknet. Fällungskieselsäuren werden als niedriger strukturiert aggregierte Teilchen erhalten. Dabei führt die Vermahlung oder Sprühtrocknung zu einer starken Beeinflussung der Aggregat- bzw. Agglomeratgröße und -struktur.

Pyrogen hergestellte Kieselsäuren fallen in Form von kettenförmigen, verzweigten Aggregaten, als fluffiges Pulver an. Sie finden ohne weitere Vermahlung oder Sprühtrocknung Anwendung. Sprühtrocknung, Verdichtung und chemische Nachbehandlung veredeln hydrophile pyrogene Siliciumdioxide zu noch hochwertigeren technischen Produkten (z.B. hydrophobe Produkte; AEROPERL® Typen).

Sowohl für nasschemisch als auch für flammenhydrolytisch hergestellte Siliciumdioxide gilt, dass ihre kleinsten Bausteine, die Primärteilchen, mehr oder minder stark aggregiert und agglomeriert sind. In Anlehnung an [6] werden zur Beschreibung von pyrogenen Oxiden die Begriffe Primärteilchen, Aggregat und Agglomerat verwendet.

Zu beachten ist, dass im englischen Sprachraum die Begriffe „agglomerate“ und „aggregate“ manchmal invers zur deutschen Definition benutzt werden.

Primärteilchen sind die kleinsten Bausteine eines pyrogenen Oxides. Sie liegen nicht isoliert vor, sondern sind miteinander verwachsen und bilden das so genannte Aggregat. Ein Aggregat ist also ein verwachsener Verband von Primärteilchen. Primärteilchen können in einem Aggregat mit geeigneten elektronenmikroskopischen Verfahren identifiziert und untersucht werden. Man identifiziert sie als „hypothetische Teilchen“, indem man sphärische Einheiten in einem Aggregat annimmt. Zur Erläuterung sind in Abbildung 3 vier Primärteilchen rot markiert. Des Weiteren ist zur Veranschaulichung ein Aggregat in Abbildung 3 grün markiert.

Ein Agglomerat setzt sich wiederum aus Aggregaten zusammen. Abbildung 3 zeigt schematisch ein Agglomerat, bestehend aus vier Aggregaten. Die Aggregate, aus denen ein Agglomerat besteht, sind nicht miteinander verwachsen, sondern werden durch schwache Wechselwirkungen (z.B. Van-der-Waals-Kräfte oder Wasserstoffbrückenbildungen) zusammengehalten.



Abbildung 3: Schematische Darstellung zur Erläuterung der Begriffe Primärteilchen, Aggregate und Agglomerate



Abbildung 4 a zeigt einige Agglomerate von AEROSIL® 200. Durch Dispergierung können die Agglomerate aufgelöst werden, so dass die Aggregate getrennt voneinander vorliegen. Ein solches Aggregat wird in Abbildung 4b gezeigt. Die einzelnen miteinander verschmolzenen Primärteilchen, die nicht voneinander getrennt werden können, sind deutlich sichtbar.

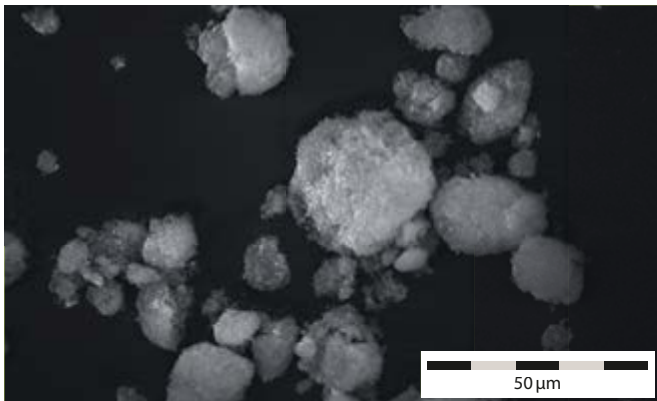


Abbildung 4 a

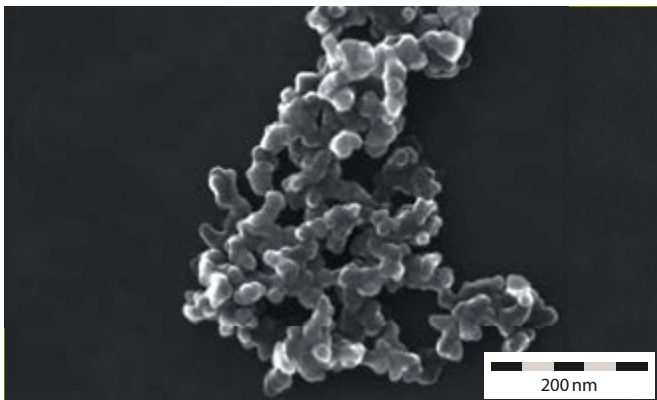


Abbildung 4 b

Von zentraler Bedeutung für die Anwendung von synthetisch hergestellten Kieselsäuren ist die spezifische Oberfläche der Materialien. Flammenhydrolytisch hergestellte Kieselsäuren zeigen ausschließlich eine äußere Oberfläche. Damit ist gemeint, dass in der Regel innerhalb der Primärteilchen nur wenige Poren vorliegen. Zwar kann z.B. mit Physisorptionsmethoden (bspw. Ar-Physisorption) ein Porenvolumen bestimmt werden, jedoch befinden sich diese Poren zwischen (inter) den Primärteilchen und nicht innerhalb (intra) der Primärteilchen.

Deutliche Unterschiede ergeben sich zwischen gefällten und pyrogenen Kieselsäuren im Trocknungs- und Glühverlust, sowie in der Reinheit. Aufgrund ihres Ursprungs aus wässriger Lösung, enthalten gefällte Kieselsäuren einen höheren Wasseranteil von 3 bis 7%. Da gefällte Kieselsäuren aus Wasserglas mit Schwefelsäure gefällt werden, findet man im fertigen Produkt größere Mengen an Sulfat-, Alkali- oder Erdalkalitionen. AEROSIL® ist in deutlich geringerem Maße verunreinigt. Es wird aus  $\text{SiCl}_4$ , Luft und Wasserstoff hergestellt. Bei der Synthese fällt Salzsäure an, die im fertigen Produkt als HCl < 0,025 % enthalten ist.

# Sie möchten hochwertige Partikel, die in einem einzigartigen Qualitätsverfahren hergestellt werden?

## Herstellung

---

- Herstellung von hydrophilem AEROSIL®
- Herstellung von anderen pyrogenen Metalloxiden
- Mischoxide und Oxidgemische
- Oberflächenbehandelte Produkte
- Strukturmodifizierung
- Granulierung
- Dispersionen

Einleitung

Herstellung

Eigenschaften

Produkte

Anwendungstechnische Effekte

Qualität und Produktsicherheit

Handhabung und Verfügbarkeit

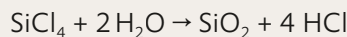
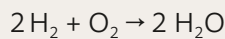
Anhang

# 2. Herstellung

## 2.1 Herstellung von hydrophilem AEROSIL®

AEROSIL® wird in einer kontinuierlichen Flammenhydrolyse beispielsweise von Siliciumtetrachlorid ( $\text{SiCl}_4$ ) hergestellt. In der Flamme werden Wasserstoff und Sauerstoff (aus der Luft) in Gegenwart von  $\text{SiCl}_4$  umgesetzt.

Formal kann in einer Knallgasreaktion die Bildung von Wasser formuliert werden, welches mit  $\text{SiCl}_4$  unter Bildung von  $\text{SiO}_2$  und  $\text{HCl}$  reagiert. Chemisch lässt sich der AEROSIL-Prozess mit den folgenden einfachen Formeln zusammenfassen:



Gesamtreaktion:



Charakteristisch für den AEROSIL-Prozess ist, dass die Edukte gasförmig der Flamme zugeführt werden. In einem ersten Verfahrensschritt muss dementsprechend das  $\text{SiCl}_4$  verdampft werden, ehe es mit Luft und Wasserstoff gemischt und der Brennerkammer zugeführt wird.

Im Reaktionsraum brennt kontinuierlich eine  $\text{SiCl}_4$ -enthaltende Wasserstoffflamme, in der das intermediär gebildete Wasser spontan und quantitativ mit  $\text{SiCl}_4$  unter Bildung des gewünschten Siliciumdioxides und Salzsäuregas reagiert.

Die Bildung von AEROSIL® geschieht in der Flamme in Bruchteilen von Sekunden. Es entsteht ein Gemisch aus heißen, salzsäurehaltigen Gasen und Feststoff ( $\text{SiO}_2$ -Teilchen). Das entstandene Aerosol muss zunächst abgekühlt werden bevor im nächsten Verfahrensschritt die Trennung von Feststoff und Gasen erfolgt. Der Feststoff enthält noch größere Mengen  $\text{HCl}$ , die an der Oberfläche der Partikel adsorbiert sind. In einem Entsäuerungsschritt wird  $\text{HCl}$  entfernt, so dass schließlich das hydrophile Produkt verpackt werden kann. Die Salzsäure wird aufkonzentriert und wiederverwertet. Der Prozessverlauf ist in Abbildung 5 schematisch gezeigt.

Viele wichtige Eigenschaften von AEROSIL® werden in der Flamme definiert. Durch Variation der Konzentration der Reaktionspartner, der Flammtemperatur und der Verweilzeit des Gases im Verbrennungsraum können die Teilchengröße, die Teilchengrößenverteilung, die spezifische Oberfläche und die Oberflächenbeschaffenheit der Kieselsäuren in weiten Grenzen festgelegt werden.

Viele Eigenschaften von AEROSIL® lassen sich dabei mit einem einfachen und bildlichen „Tröpfchenmodell“ erklären.

Für das Modell gilt die Annahme, dass die Reaktionsgase einen Raum mit zunächst stark ansteigender und dann absinkender Temperatur durchlaufen – die Flamme. Zu Reaktionsbeginn, d.h. am Fuß der Flamme, bilden sich kleinste Tröpfchen (Nukleide) aus  $\text{SiO}_2$ . Diese Nukleide kollidieren stochastisch miteinander und verschmelzen zu größeren Tröpfchen. Diese Tröpfchen können weiterhin kollidieren und so an Größe und Gewicht gewinnen, während die Anzahl der Tröpfchen abnimmt. Dieser Prozess schreitet solange fort, wie die Flamme heiß genug ist, um die Tröpfchen flüssig zu halten.

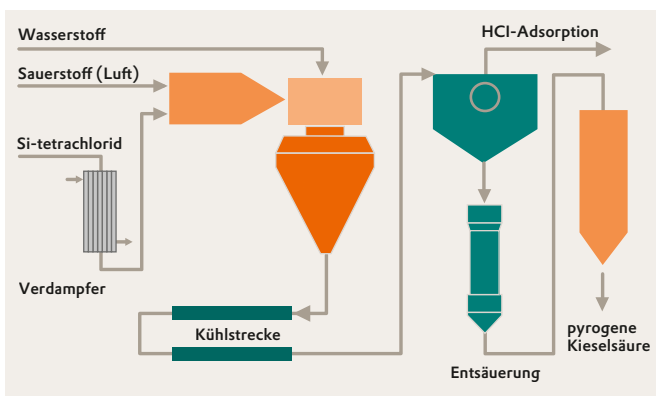


Abbildung 5: AEROSIL-Prozess (Fließschema)

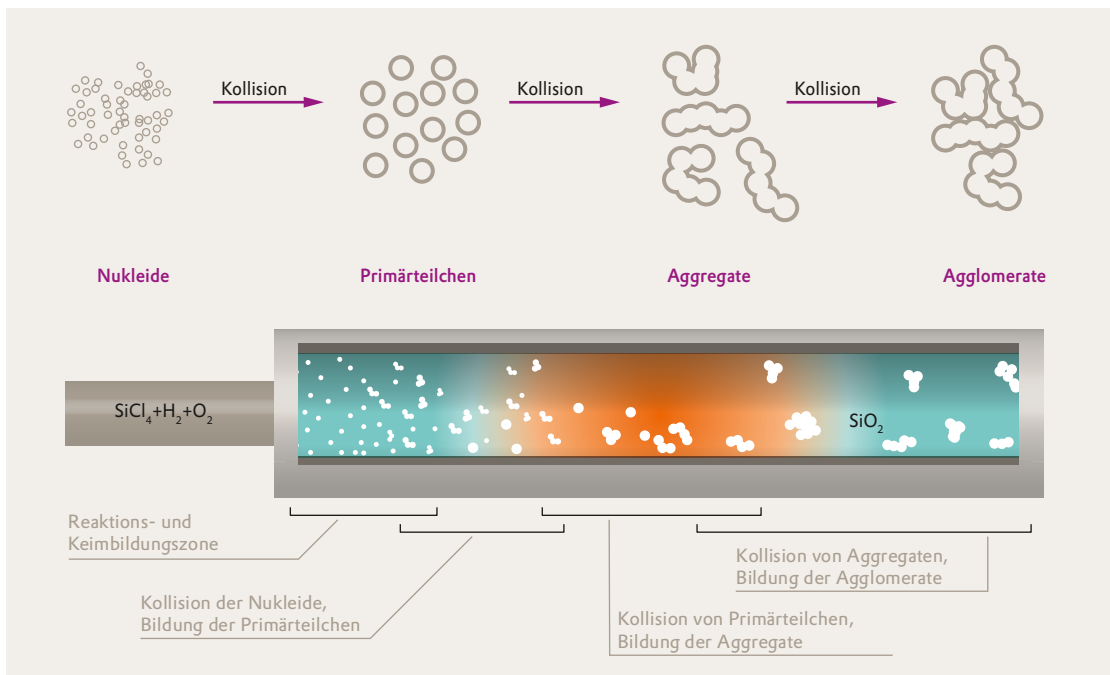


Abbildung 6: Einfaches Modell der Partikelgenese in der Flamme schematisch dargestellt, vgl. auch Abbildung 41a

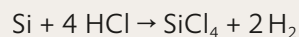
Gelangen die Tröpfchen in einen kälteren Bereich der Flamme, so erhärten sie (zumindest teilweise). Kollisionen zwischen Tröpfchen führen dann nicht mehr zum vollständigen Verschmelzen und Koaleszenz der Tröpfchen zu größeren sphärischen Tröpfchen, sondern nur noch zum teilweisen Zusammenschmelzen. Es bilden sich Aggregate, die aus Primärteilchen (den anfänglichen Tröpfchen) bestehen. Die Aggregate erhärten in kälteren Bereichen der Flamme vollständig. Bei Kollisionen von Aggregaten ist nun auch ein nur teilweises Verschmelzen nicht mehr möglich. Stattdessen lagern sich die Aggregate, nur durch schwache Wechselwirkungen vermittelt, aneinander. Dies ist die Bildung der Agglomerate. Das „Tröpfchenmodell“ der Partikelgenese wird in Abbildung 6 veranschaulicht.

Dieses sehr einfache und bildliche Modell der Partikelgenese von AEROSIL® vermag trotz seiner Anschaulichkeit eine Reihe der Eigenschaften von pyrogenen Kieselsäuren zu erklären. So erklärt das Modell sehr gut, dass in heißen Flammen Materialien mit niedrigen spezifischen Oberflächen und großen Primärteilchen gebildet werden, während in kalten Flammen Materialien mit hohen spezifischen Oberflächen und kleinen Primärteilchen entstehen. In heißen Flammen ist die Zone der Koaleszenz der Tröpfchen länger als in kalten; es bilden sich größere Primärteilchen und entsprechend Materialien mit niedrigerer spezifischer Oberfläche.

Ebenso vermag das einfache „Tröpfchenmodell“ bestimmte Aspekte der Struktur von Aggregaten und Agglomeraten zu erklären.

Anstelle von Siliciumtetrachlorid können auch Chlor-Silane wie Methyltrichlorsilan, Trichlorsilan etc. entweder allein oder in Mischungen (auch mit  $\text{SiCl}_4$ ) als Rohstoff verwendet werden. Die Bedingungen hinsichtlich Flammenführung und Strömungsverhältnissen müssen dabei variiert werden, um gleiche Endprodukte wie mit reinem Siliciumtetrachlorid zu erhalten.

Die beim AEROSIL-Prozess bezogen auf  $\text{SiO}_2$  im viermolaren Überschuss anfallende Salzsäure kann bei der Herstellung von  $\text{SiCl}_4$  bzw.  $\text{HSiCl}_3$  gemäß der Gleichung wiederverwendet werden.



Als Siliciumquelle dient dabei Ferrosilicium ( $\text{FeSi}$ ), ein Produkt, welches z.B. bei der Stahlherstellung eingesetzt wird. Der gebildete Wasserstoff wird wieder in den AEROSIL-Prozess zurückgeführt, so dass von einem umweltfreundlichen großtechnischen Kreisprozess gesprochen werden kann.

Weitere Silicium-Quellen für den AEROSIL-Prozess können Seitenströme aus der Herstellung von polykristallinem Silicium (PCS) oder auch der Müller-Rochow Synthese sein.

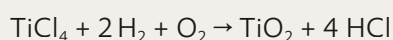
## 2.2 Herstellung von anderen pyrogenen Metalloxiden (AEROXIDE®)

Für den klassischen AEROSIL-Prozess sollten alle Edukte in die Gasphase überführbar sein. Zur Herstellung von pyrogenen Siliciumdioxiden werden dazu Silane, wie Siliciumtetrachlorid, Methyltrichlorosilan oder andere verdampft und anschließend in der Knallgasflamme umgesetzt. Auch andere Metallchloride lassen sich verdampfen und so in einem dem AEROSIL-Prozess ähnlichen Verfahren zu Metalloxiden hydrolysieren. In verschiedenen Forschungsarbeiten wurde dies schon für viele Metall und Halbmetallelemente durchgeführt. Kommerzialisiert und etabliert sind die Oxide von Aluminium und Titan.

Titandioxid, vertrieben unter den Produktnamen AEROXIDE® TiO<sub>2</sub> P 25 und AEROXIDE® TiO<sub>2</sub> P 90, wird aus Titanatetrachlorid (TiCl<sub>4</sub>) hergestellt. Titanatetrachlorid ist wie Siliciumtetrachlorid unter Normalbedingungen eine leicht verdampfbare Flüssigkeit.

Die Aluminiumoxidprodukte AEROXIDE® Alu C, AEROXIDE® Alu 65 und AEROXIDE® Alu 130 werden aus Aluminiumchlorid hergestellt, das unter Normalbedingungen ein Feststoff ist. Eine spezielle Verdampfertechnologie wird angewendet, um den Feststoff in die Gasphase zu überführen und in einem, dem AEROSIL-Prozess ähnlichen, Verfahren zu Aluminiumoxid umzusetzen.

Wie bei der Herstellung von Siliciumdioxid, lassen sich auch für die Herstellung der anderen Oxide einfache chemische Formeln formulieren:



Das Know-how, um gezielt hochwertige Metalloxide herzustellen, liegt in der Verfahrensführung. Im Gegensatz zum AEROSIL®, welches amorph ist, fallen die Oxide von Aluminium und Titan (teil)kristallin an. Die vorliegenden Kristallphasen können in weiten Bereichen über die Prozessführung gesteuert werden.

Titandioxid liegt in verschiedenen Modifikationen vor. AEROXIDE® TiO<sub>2</sub> P 25 und AEROXIDE® TiO<sub>2</sub> P 90 enthalten die Modifikationen Anatas und Rutil:

**Tabelle 4**

	Anatas [Gew.-%]	Rutil [Gew.-%]
AEROXIDE® TiO <sub>2</sub> P 25	ca. 85	ca. 15
AEROXIDE® TiO <sub>2</sub> P 90	ca. 90	ca. 10

Anteile von Anatas und Rutil im AEROXIDE® TiO<sub>2</sub> P 25 und AEROXIDE® TiO<sub>2</sub> P 90

Auch Aluminiumoxid kann in einer ganzen Reihe von Modifikationen vorliegen. Die kurzen Verweilzeiten in der Knallgasflamme schließen die Bildung von α-Aluminiumoxid aus. Die meisten von ihnen sind metastabile Formen, die bei ausreichend hoher Temperatur in α-Aluminiumoxid übergehen können. In den Produkten AEROXIDE® Alu C, AEROXIDE® Alu 65 und AEROXIDE® Alu 130 werden die Übergangphasen δ, γ und θ in verschiedenen Verhältnissen gefunden.

In der folgenden Tabelle sind weitere pyrogene Metalloxide zusammengestellt, die im Labor- und Technikumsmaßstab hergestellt werden können. Die in der Tabelle genannten Oxide können entweder in reiner Form gewonnen oder als Mischoxide in Siliciumdioxid-, Titandioxid- oder Aluminiumoxid-Matrizen eingebaut werden.

**Tabelle 5**

Prozessmöglichkeiten		
• AlBO <sub>3</sub>	• Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	• V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
• AlPO <sub>4</sub>	• GeO <sub>2</sub>	• WO <sub>3</sub>
• BPO <sub>4</sub>	• NiO	• CuO/Cu <sub>2</sub> O
• Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	• MoO <sub>3</sub>	• MnO <sub>2</sub> /Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
• Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	• SnO <sub>2</sub>	• CeO <sub>2</sub> /Ce <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
• ZnO	• ZrO <sub>2</sub>	• Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>

Verschiedenste Metalloxide können hergestellt werden

Es wird deutlich, dass der AEROSIL-Prozess ein flexibles und variables Verfahren ist, mit dem sich aus u. a. Chloriden vieler Elemente des Periodensystems die entsprechenden Oxide gewinnen lassen. Die Flüchtigkeit der Rohstoffe ist ein wichtiger Faktor bei der Produktion der Oxide.

## 2.3 Mischoxide und Oxidgemische

Die Flexibilität des AEROSIL-Prozesses erlaubt auch die Herstellung von Mischoxiden. Dazu werden der Flamme mehrere Edukte (z.B.  $\text{SiCl}_4$  und  $\text{TiCl}_4$ ) zugeführt, die dann umgesetzt werden und so ein Mischoxid bilden. Je nach Auswahl der Edukte und den eingestellten Flammenparametern können sehr unterschiedliche Produkte hergestellt werden.

Die Zusammensetzung der Mischoxide kann über weitere Bereiche des Molenbruches eingestellt werden. Der Partikelbau wird durch die Zusammensetzung stark beeinflusst. Wird ein Ausgangsstoff in kleiner Menge im Vergleich zum zweiten Edukt zugegeben, entstehen meist homogene Teilchen. In diesen liegt das in geringer Menge vorliegende Metallion homogen verteilt in der Oxidmatrix vor (Abbildung 7, obere Aufnahme).

Mischoxide entstehen auch, wenn beide Komponenten in größeren Anteilen vorhanden sind. Es können sich dann ebenfalls homogene Teilchen (Primärteilchen oder Aggregat) bilden (Abbildung 7, obere Aufnahme) oder auch Partikel in denen Bereiche mit unterschiedlichen Stöchiometrien vorliegen. So ist es möglich in der Flamme speziellere Morphologien zu erzeugen. Bekannt sind hier vor allem Kern-Hülle-Strukturen. Siliciumdioxid-Titandioxid-Mischoxide bilden bei korrekter Flammenführung solche Kern-Hülle-Morphologien aus. Es liegt dann ein kristalliner Titandioxidkern vor, der von einer amorphen Siliciumdioxid-Hülle umgeben ist (Abbildung 7 untere Aufnahme).

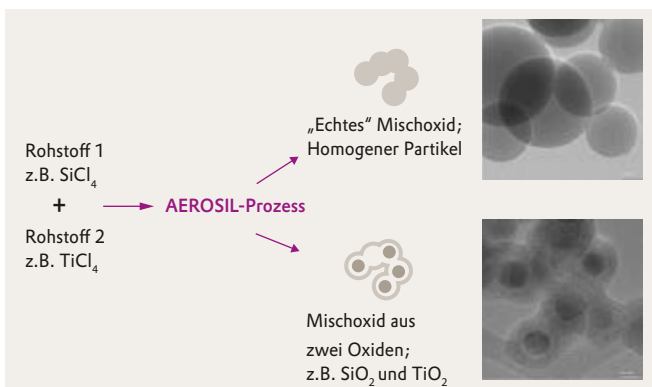


Abbildung 7: Mischoxide und Kern-Hülle-Morphologie

Von Mischoxiden, wie sie in der Flamme entstehen, müssen die Oxidgemische unterschieden werden: Oxidgemische sind Mischungen von Oxiden. Das heißt, hier werden die Oxide unabhängig voneinander hergestellt und anschließend in einem Mischvorgang physikalisch gemischt. Die zwei Ausgangsoxide verwachsen dabei nicht, daher bestehen die Primärteilchen und Aggregate nur aus einem Oxidtyp, die Agglomerate können aus beiden Oxidtypen beste-

hen. Schematisch wird die Herstellung eines Oxidgemisches in Abbildung 8 verdeutlicht. Der wichtige Unterschied zwischen Mischoxiden und Oxidgemischen wird in Abbildung 9 dargestellt.

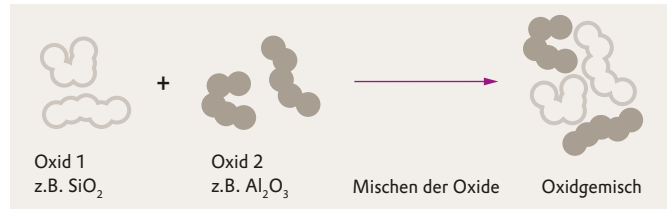


Abbildung 8: Ein Oxidgemisch wird durch Mischen von zwei Oxidmaterialien gebildet



Abbildung 9: Vergleich von Mischoxiden und Oxidgemischen

Die Herstellung von pyrogenen Mischoxiden und pyrogenen Oxidgemischen erfolgt also auf zwei sehr unterschiedlichen Wegen. Es entstehen Produkte, die – obwohl sie aus den gleichen Oxiden aufgebaut sind – zum Teil zu gegenläufigen anwendungstechnischen Effekten führen.

Beispiele für Mischoxidprodukte sind die  $\text{SiO}_2$  -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Mischoxide AEROSIL® MOX 80, AEROSIL® MOX 170 und die  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ -Mischoxide VP  $\text{TiO}_2$  1580 S, VP  $\text{TiO}_2$  545 S und VP  $\text{TiO}_2$  590 S. Im AEROXIDE®  $\text{TiO}_2$  PF 2 ist Titandioxid mit 1–3% Eisenoxid versetzt.

Ein Beispiel für Oxidgemisch-Produkte ist AEROSIL® COK 84, welches durch Mischen von 84% AEROSIL® 200 und 16% AEROXIDE® Alu C entsteht.

Tabelle 6

Produkt	$\text{SiO}_2$ [%]	$\text{Al}_2\text{O}_3$ [%]	$\text{TiO}_2$ [%]	BET [ $\text{m}^2/\text{g}$ ]
AEROSIL® COK 84	84	16	–	150–250
AEROSIL® MOX 80	98,3	0,3–1,3	–	60–100
AEROSIL® MOX 170	98,3	0,3–1,3	–	140–200
VP* $\text{TiO}_2$ 1580 S	15	–	85	65–95
VP* $\text{TiO}_2$ 545 S	5	–	95	35–55
VP* $\text{TiO}_2$ 590 S	5	–	95	70–100

Zusammensetzungen und spezifische Oberflächen einiger Produkte

\*VP = Entwicklungsprodukt. Entwicklungsprodukte tragen die Bezeichnung VP im Produktnamen. Die Kommerzialisierung ist abhängig von der Rückmeldung des Marktes. Es handelt sich um unverbindliche Richtwerte.

## 2.4 Oberflächenbehandelte Produkte

### Hydrophobe Produkte

Bei den bisher beschriebenen Produkten handelt es sich um Verbindungen, die direkt aus dem AEROSIL-Prozess, also nach einem Flammenhydrolyseprozess gewonnen werden. Aufgrund der frei zugänglichen Silanolgruppen (Si-OH) auf der Partikeloberfläche, sind die so erzeugten Produkte hydrophil – lassen sich mit Wasser benetzen. Für etliche Anwendungen, in denen spezielle Eigenschaften benötigt werden, bedarf es oft eines Nachbehandlungsschrittes: hydrophiles AEROSIL® kann so umgewandelt wer-

den, dass es vollkommen andere Polaritäten aufweist – es wird hydrophob.

Das hydrophobe Verhalten kommt durch die Reaktion von hydrophilen Silanolgruppen mit organischen Resten zustande (siehe Abbildung 10). Diese organischen Gruppen sind nach dem Behandlungsschritt so fest auf der Oberfläche verankert (kovalent gebunden), dass beispielsweise sie nur durch thermische Zersetzung entfernt werden können, wobei auch die Struktur des AEROSIL® verändert wird.

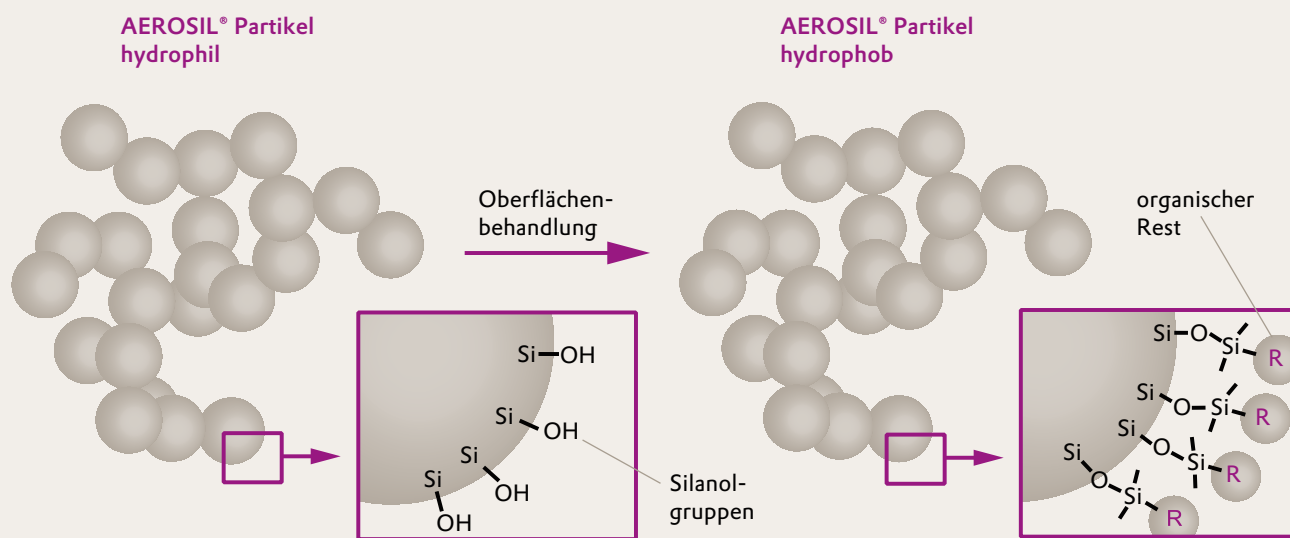


Abbildung 10: Darstellung der Umsetzung von hydrophilem AEROSIL® zu hydrophobem AEROSIL® durch entsprechende Oberflächenbehandlung schematisch dargestellt,



Abbildung 11: Wasser mit hydrophiler (links) und hydrophober (rechts) Kieselsäure

Auf den ersten Blick unterscheiden sich hydrophile und hydrophobe pyrogene Oxide nicht voneinander, beide sind feinteilige, weiße Pulver. Bei genauerer Betrachtung, z.B. bei Mischungsversuchen mit Wasser zeigen sich jedoch die elementaren Unterschiede: Während hydrophile Produkte vollständig mit Wasser benetzbar sind, können hydrophobe Produkte nicht mit Wasser vermischt werden.

Dieses wasserabweisende Verhalten entsteht durch die Verankerung von kurz- oder auch langkettigen organischen Resten auf der Oberfläche der pyrogen hergestellten Kieselsäure. Die nachfolgende Abbildung zeigt beispielhaft einige Vertreter von hydrophoben AEROSIL® Typen:



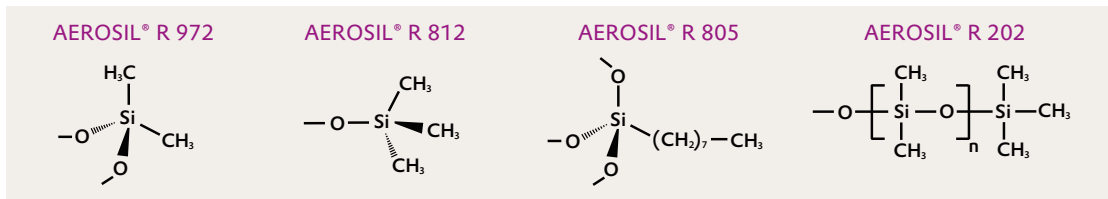


Abbildung 12: Auswahl verschiedener hydrophober AEROSIL® Typen mit den jeweiligen Oberflächengruppen

Es werden prinzipiell zwei Arten der Nachbehandlung unterschieden. Die direkte Umsetzung des Pulvers, beispielsweise mit einem Halogensilan, unmittelbar im Anschluss an den AEROSIL-Prozess, sowie die Reaktion der AEROSIL® Oberfläche mit Silanen, Silazanen, Siloxanen, etc. Beide Verfahren können kontinuierlich betrieben werden und führen zu einer homogenen und effektiven Modifizierung der von außen frei zugänglichen Oberfläche mit organischen Gruppen.

Im ersten Fall – der direkten Nachbehandlung – wird das unverdichtete AEROSIL® mit einem geeigneten Silan zur Reaktion gebracht. Geeignet ist das Nachbehandlungsreagenz vor allem dann, wenn es unter den gegebenen Bedingungen ausreichend reaktiv und gleichzeitig stabil genug ist, sodass es nicht zur Zersetzung der organischen Bestandteile kommt.

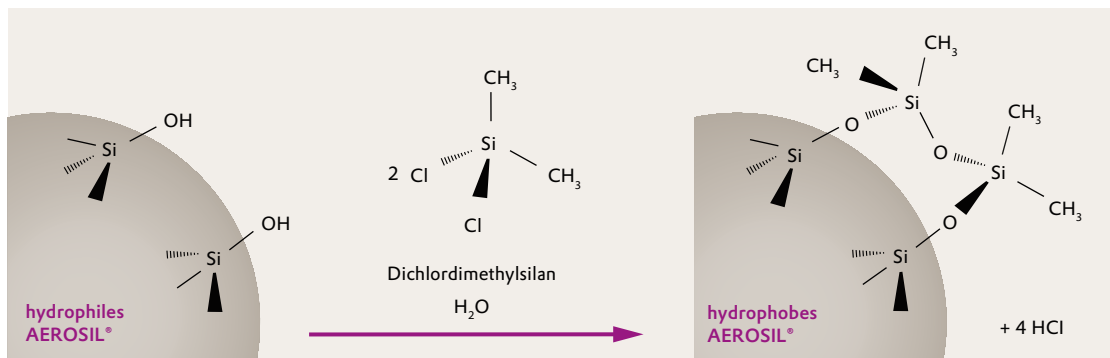


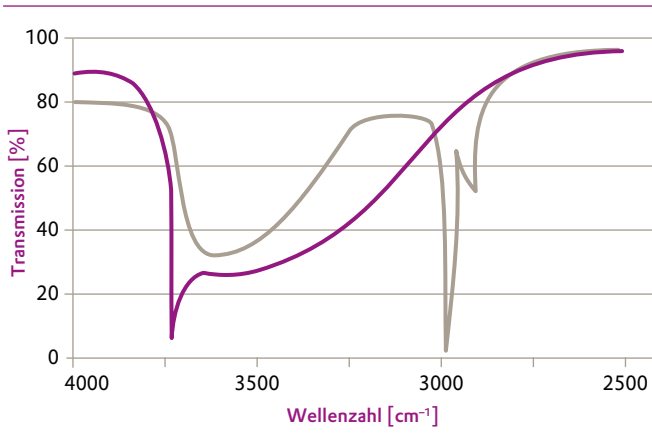
Abbildung 13: Schematische Darstellung der Reaktion von Dichlordimethylsilan mit Silanolgruppen der AEROSIL® Oberfläche: Überführung von „hydrophil“ in „hydrophob“

Der zweite Fall – Umsetzung mit anderen Silan- oder Siloxan-Typen als Halogensilanen – geschieht nachdem der eigentliche Herstellungsprozess des AEROSIL® vollkommen abgeschlossen ist. Hierbei lassen sich auch komplexere organische Verbindungen, die z.B. empfindliche, organische Funktionalitäten aufweisen können, auf der Oberfläche verankern.

Beide Nachbehandlungsschritte werden so gesteuert, dass die Kapazität der Kieselsäureoberfläche möglichst optimal ausgenutzt wird. Dieser Sachverhalt wird beispielsweise beim Vergleich der Infrarot-

spektren von hydrophilem und chemisch nachbehandeltem AEROSIL® deutlich. Die im Ausgangsmaterial scharfe Bande bei ca.  $3750\text{ cm}^{-1}$ , welche den freien Silanolgruppen auf der Oberfläche zugeordnet werden kann, verschwindet durch die Reaktion mit dem Modifizierungsreagenz, welche schlussendlich Trimethylsilylgruppen erzeugt. Gleichzeitig dazu kann man im hydrophoben Endprodukt die Ausbildung einer C-H-Schwingungsbande bei  $< 3000\text{ cm}^{-1}$  beobachten (siehe Abbildung 14).

Abbildung 14



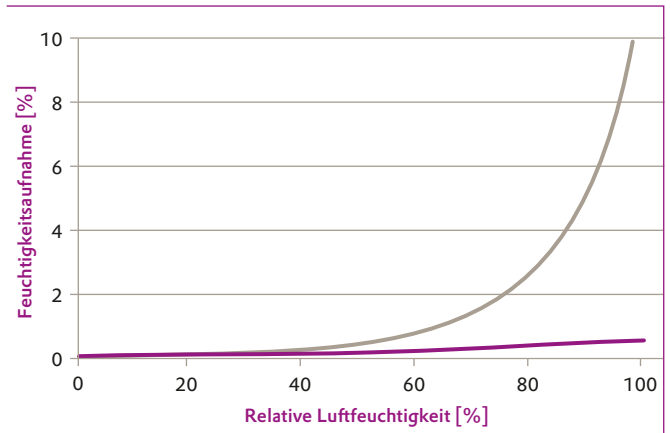
— AEROSIL® 300 — AEROSIL® R 812

Infrarot-Teilspektrum von AEROSIL® 300 vor und nach der chemischen Nachbehandlung, AEROSIL® R 812) jeweils Reinsubstanz-Preßling, IR-Gerät: Perkin Elmer 325

Aufgrund der Oberflächenbehandlung ergeben sich vollkommen andere physikalisch-chemische Eigenschaften verglichen mit nicht-nachbehandelten AEROSIL® Produkten, welche die Einsatzmöglichkeiten von pyrogenen Oxiden erheblich erweitern. So ergeben sich Anwendungsfelder in verschiedensten industriellen Bereichen wie z.B. im Siliconkautschuk, in Farb- und Lackformulierungen, in Tonerprodukten, in Kleb- und Dichtstoffen, in Kabelmassen oder in Harzsystemen und vielen weiteren.

Sehr eindrucksvoll lassen sich die veränderten Oberflächeneigenschaften beispielsweise anhand des Adsorptionsvermögens von Luftfeuchtigkeit zeigen (siehe Abbildung 15): Aufgrund der unpolaren Oberfläche des AEROSIL® R 202 im Vergleich zu AEROSIL® 150 (nicht oberflächenbehandeltes Produkt) ist die Wechselwirkung mit Wasserdampf extrem erniedrigt, was eine reduzierte Feuchtigkeitsaufnahme bewirkt.

Abbildung 15

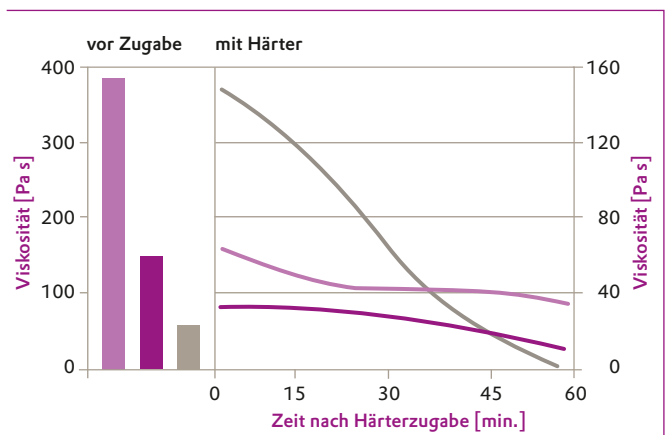


— AEROSIL® 150 — AEROSIL® R 202

Feuchtigkeitsaufnahme von AEROSIL® 150 und dem hydrophoben AEROSIL® R 202 bei Raumtemperatur (gemessen an kleinen Proben)

Als weiteres anwendungstechnisches Beispiel ist die Verdickungswirkung in einem niedrigviskosen, reaktiven Epoxidharz – also einem polaren Medium – zu nennen. Die hydrophoben Typen AEROSIL® R 805 bzw. AEROSIL® R 202 sind dem hydrophilen Typ AEROSIL® 300 hierbei deutlich überlegen.

Abbildung 16



— AEROSIL® 300 — AEROSIL® R 202 — AEROSIL® R 805

Viskositätsverlauf eines Epoxidharzes mit 5,6% AEROSIL® vor und mit 3,8% AEROSIL® nach der Härter- und Vernetzerzugabe

### Oberflächenfunktionalisierte Produkte

Durch die geeignete Wahl des Modifizierungsreagenz ist es darüber hinaus möglich, nicht nur die Polarität, sondern auch die chemische Funktionalität auf der Oberfläche maßzuschneidern. In zahlreichen Anwendungen genügt es nicht nur die Hydrophobie der Kieselsäure einzustellen, es bedarf auch der passenden chemischen Funktionalisierung, damit sich die gewünschten Effekte realisieren lassen. Um die Wechselwirkung der AEROSIL® Oberfläche mit dem umgebenden Substrat exakt anzupassen, stehen verschiedenste Reagenzien mit einer Fülle an unterschiedlichen Funktionalitäten zur Verfügung. So ist es beispielsweise möglich, Amine, Epoxide, Methacrylate, etc. auf der Oberfläche zu fixieren. Ein Vertreter der funktionalisierten Produkte ist AEROSIL® R 711 (Abbildung 17).

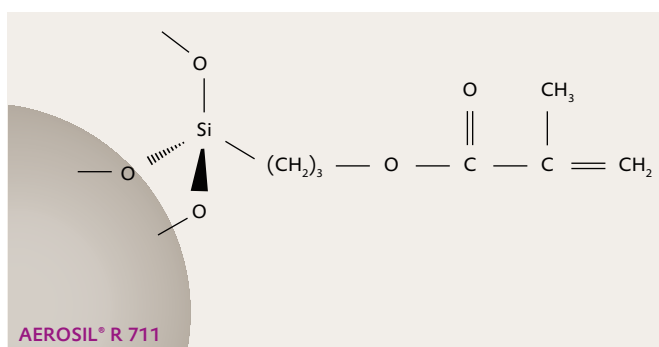


Abbildung 17:  
Schematische Darstellung der Oberflächenfunktionalität auf AEROSIL® R 711

Hierbei handelt es sich um eine pyrogene Kieselsäure, die mit Methacrylat-Funktionalitäten versehen ist, um optimale Anwendungseigenschaften z.B. in speziellen Farb- und Lacksystemen, in Hochleistungselastomeren oder aber in dentalen Füllstoffen zu gewährleisten.

Ein weiteres Anwendungsfeld für funktionalisierte AEROSIL® Typen ist die Ladungssteuerung in Tonerprodukten. Gerade hier kommt es in entscheidendem Maße darauf an, die Pigmentpartikel optimal mit Oberflächenladungen „auszustatten“ und gleichzeitig ein Zusammenlagern der Tonerpartikel zu verhindern, nur so kann ein optimales Druckergebnis gewährleistet werden. Für dieses sensible Anwendungsgebiet hat Evonik ein Produkt entwickelt, welches speziell auf die o.g. Eigenschaften zugeschnitten ist: AEROSIL® R 504.

Dieses Produkt wird ausgehend von hochreinem AEROSIL® in einem speziellen Verfahren sowohl hydrophobiert als auch mit einer organischen Aminogruppe funktionalisiert.

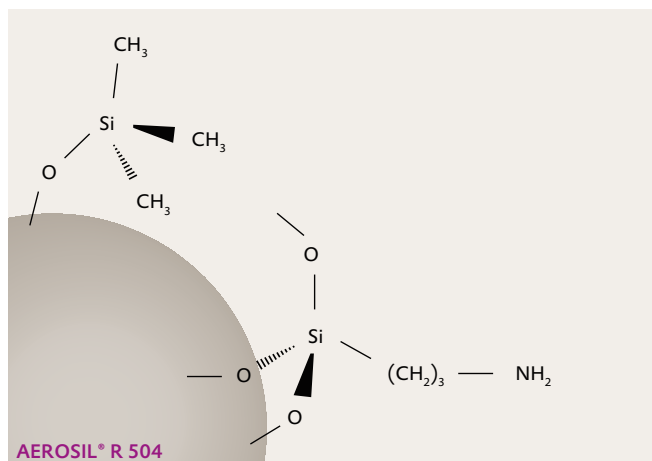


Abbildung 18:  
Schematische Darstellung der Oberflächenfunktionalität auf AEROSIL® R 504

Die Aminogruppe auf der Oberfläche sorgt für exzellente Steuerung der triboelektrischen Eigenschaften des Pulvers, die für anspruchsvolle Toneranwendungen unabdingbar sind. Nur durch die nachträgliche Funktionalisierung können hohe, positive spezifische Ladungen auf dem Pulver erzeugt werden. Die einzigartige Nachbehandlung macht AEROSIL® R 504 somit zu einem optimalen Toneradditiv, das eine hervorragende Performance des Toners erst ermöglicht.

Abbildung 19



Abbildung 19 zeigt die spezifischen Ladungswerte einiger Produkte q/m-Werte, Ladungs-Masse-Verhältnisse

## 2.5 Strukturmodifizierung

Bei der Herstellung von pyrogener Kieselsäure über den AEROSIL-Prozess werden ausgehend von Primärteilchen Aggregate und Agglomerate aufgebaut (siehe Abschnitt 2.1). Die Kombination, die Gestalt, sowie die Anordnung dieser Aggregate und Agglomerate bezeichnet man mit dem Überbegriff Struktur. Diese ist für viele charakteristische Eigenschaften der pyrogen erzeugten Kieselsäuren ursächlich. So ist beispielsweise die Struktur von AEROSIL® mitverantwortlich für die Verdickungswirkung (Einstellung der rheologischen Eigenschaften) in verschiedenen Medien oder auch für die Fließeigenschaften von mit AEROSIL® versetzten Substraten (Thixotropie).

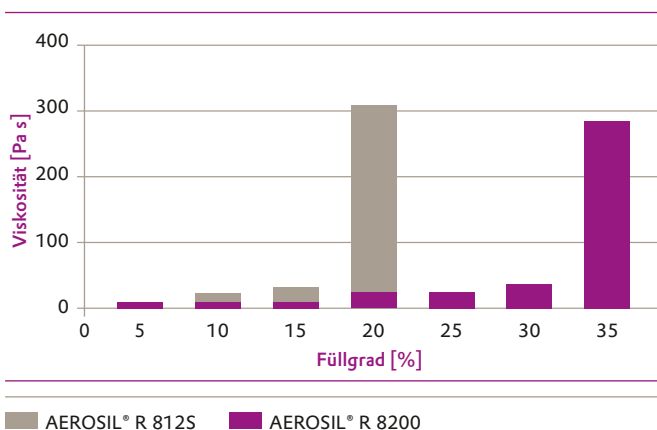
Durch einen weiteren Prozessschritt, der sogenannten Strukturmodifizierung, gelingt es gezielt in die AEROSIL® Struktur einzugreifen, ohne dabei die chemische Zusammensetzung oder aber die Oberflächenbeschaffenheit zu verändern. Es ist somit möglich für Spezialanwendungen maßgeschneiderte Produkte mit ausgewählten Eigenschaften herzustellen.

Als Anwendungsbeispiel für derartig strukturmodifizierte AEROSIL® Typen – von denen es bisher die Produkte AEROSIL® R 7200, AEROSIL® R 8200 und AEROSIL® R 9200 gibt – soll die Verwendung in einem Siliconpolymer vorgestellt werden. Abbildung 20 zeigt die Zunahme der Viskosität in Abhängigkeit des Füllgrades von AEROSIL® R 812 S bzw. AEROSIL® R 8200, in einem 2-Komponenten RTV (Raumtemperatur vernetzend) Silicon. Bei-

den Materialien sind mit dem gleichen Modifizierungsreagenz nachbehandelt worden und tragen Trimethylsilylgruppen auf der Oberfläche. Bereits bei einem Füllgrad von 20 % ist die Viskosität der AEROSIL® R 812 S enthaltenden Polymermischung zehnfach höher als bei der AEROSIL® R 8200 Formulierung. Nicht oberflächenmodifizierte AEROSIL® Typen würden unter diesen Bedingungen Viskositäten von einigen Tausend Pascalsekunden aufweisen. Es ist also durch den Einsatz des oberflächenmodifizierten und strukturmodifizierten Produktes möglich, Siliconpolymere mit hohen Füllgraden und somit hohen verstärkenden Eigenschaften bei niedriger Verdickungswirkung herzustellen.

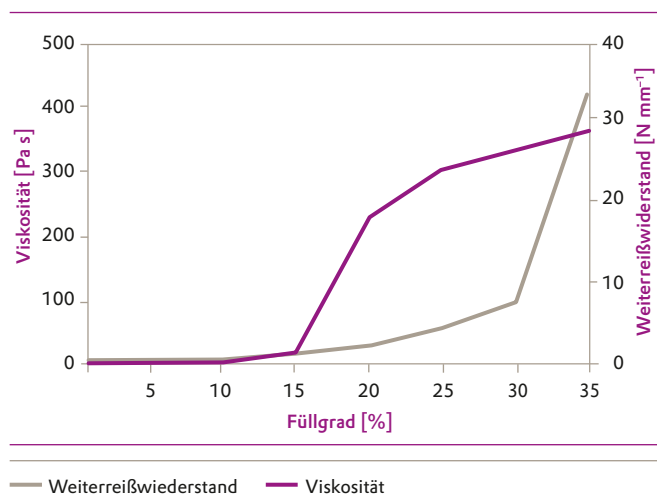
Bislang konnten zwei entscheidende Effekte bei Siliconkautschuk-Anwendungen, und zwar die verstärkenden Eigenschaften, sowie die Verdickungswirkung von pyrogener Kieselsäure nur durch unterschiedliche Füllgrade – also quasi gekoppelt – variiert werden. Mit dieser neuartigen Strukturmodifizierung lassen sich nun diese beiden Parameter getrennt voneinander – also entkoppelt – steuern. Die nachfolgende Abbildung 21 zeigt, dass der Verlauf der Viskosität und der des Weiterreißwiderstandes (in einem RTV-2K Siliconkautschuk) nun nicht mehr deckungsgleich ist: eine Entkopplung hat stattgefunden. Durch den Einsatz von strukturmodifizierter, pyrogener Kieselsäure wie AEROSIL® R 8200 kann somit eine hohe mechanische Festigkeit bei niedrigen Viskositäten erzielt werden.

Abbildung 20



Vergleich der Viskositäten von AEROSIL® R 812 S und strukturmodifiziertem AEROSIL® R 8200 in einem RTV-2K-Siliconkautschuk

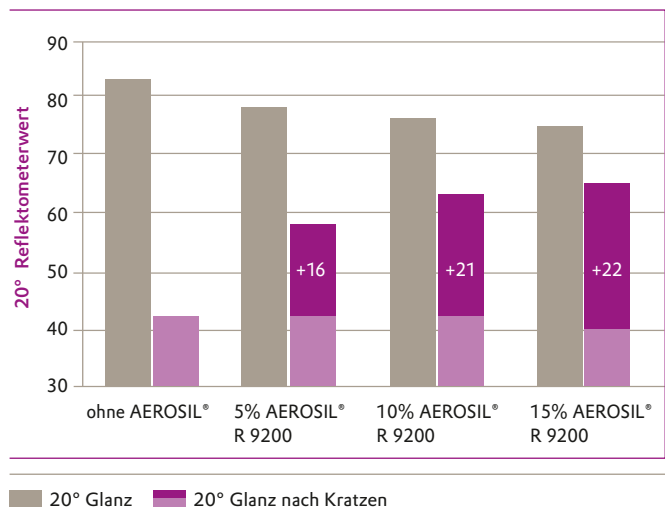
Abbildung 21



Rheologische und mechanische Eigenschaften einer RTV-2K Formulierung mit AEROSIL® R 8200 in Abhängigkeit des Füllgrades

Darüber hinaus lässt sich durch den Einsatz von strukturmodifizierten Kieselsäuren beispielsweise auch die Kratzbeständigkeit in Lacken erheblich verbessern. Durch den Einsatz von AEROSIL® R 9200 in UV-härtenden Klarlacken lässt sich eine deutliche Verbesserung des Glanzes nach der Verkratzung erzielen (siehe Abbildung 22). In diesem UV-härtenden Klarlack konnte durch eine Erhöhung des Anteils am eingearbeiteten AEROSIL® R 9200 ein weiterer Anstieg des 20° Reflektometerwertes erzielt werden, wobei der Glanz vor der Verkratzung kaum beeinflusst wird.

Abbildung 22



Verbesserung der Kratzfestigkeit mit AEROSIL® R 9200 in einem UV-härtenden Klarlack auf Basis von Polyesteracrylat. Die Verkratzung erfolgte mit einem Elcometer 1720; 40 Doppelhübe mit Schweineborsten-Bürsten, 5 %-ige Quarzslurry

## 2.6 Granulierung

Eine weitere Produktgruppe rundet das Portfolio der pyrogenen Oxide von Evonik ab: Die AEROPERL® Produkte. Hierbei handelt es sich um Granulate. Durch ein speziell auf AEROSIL® abgestimmtes Granulationsverfahren ist es möglich, Granulate zu erzeugen, deren mittlere Partikelgröße im Bereich von ca. 20 – 30 µm liegt. AEROPERL® zeichnet sich vor allem durch hervorragende Fließeigenschaften, gute Einarbeitbarkeit und staubarme Handhabung aus, wodurch sich die Anwendungsbreite von AEROSIL® basierten Produkten erheblich erweitern lässt. Die nachfolgende Abbildung 23 zeigt AEROPERL® 300 Pharma – ein Produkt, welches speziell auf den Einsatz in der pharmazeutischen Industrie zugeschnitten ist – in rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen bei unterschiedlichen Vergrößerungen.

Das Verfahren zur Herstellung von AEROPERL® ist kontaminationsfrei, sodass die hohe Reinheit der Ausgangsstoffe auch im Kompaktat gewährleistet ist. Die Granulate sind aufgrund ihrer „inneren Porosität“ in der Lage, große Mengen verschiedenster Substanzen aufzunehmen und somit beispielsweise als Trägermaterial zu fungieren. Selbst bei Beladung mit pastösen Stoffen, wie hochviskosen Ölen oder Wirkstoffformulierungen, weisen die AEROPERL® Produkte hervorragende Fließeigenschaften auf (siehe Abbildung 24). Diese Eigenschaften, gepaart mit der hohen Reinheit der Granulate, machen AEROPERL® Produkte gerade im Bereich der kosmetischen bzw. pharmazeutischen Industrie zu unverzichtbaren Hilfsstoffen.

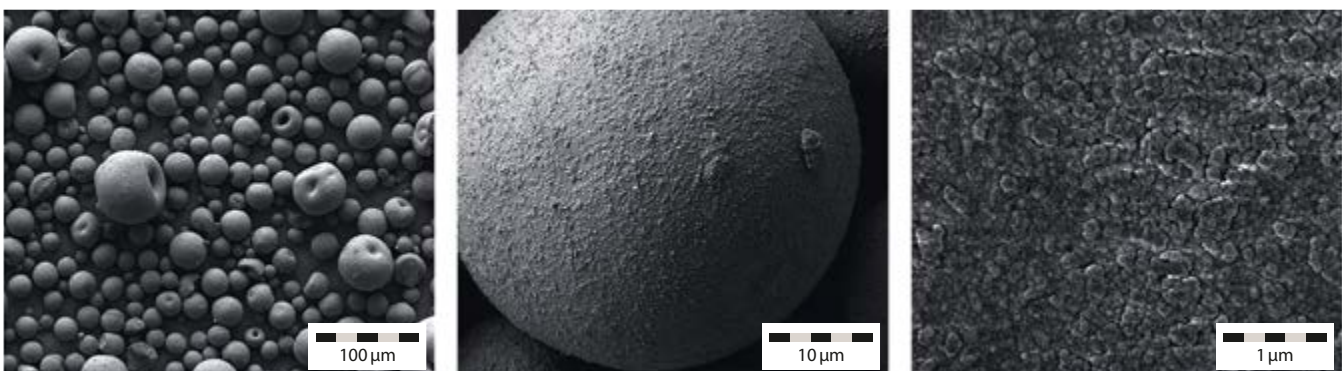


Abbildung 23: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von AEROPERL® 300 Pharma bei verschiedenen Vergrößerungen

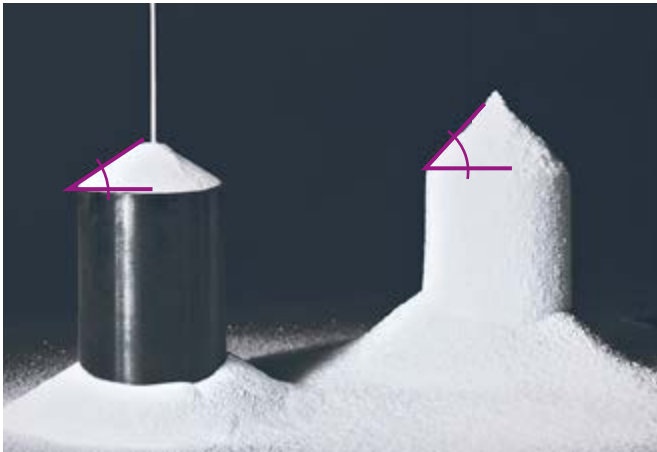
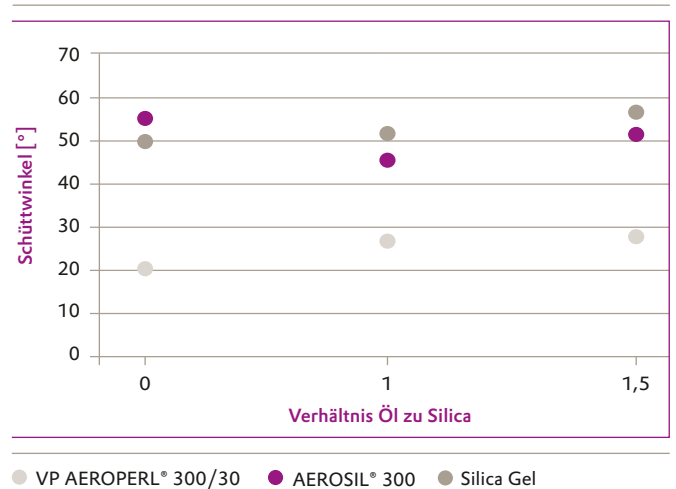


Abbildung 24

Darstellung zur Bestimmung des Schüttwinkels



Fließverhalten von Silica-basierten Trägermaterialien beladen mit einem Test-Öl (MIGLYOL® 840, Sasol Germany GmbH). Ein Schüttwinkel von  $<30^\circ$  zeigt ein gutes bis sehr gutes Fließverhalten an, ein Schüttwinkel von  $>40^\circ$  resultiert bei mäßig fließenden Pulvern

Ein weiteres herausragendes Merkmal von AEROPERL® ist die hohe mechanische Stabilität der Granulate, welche insbesondere im Bereich der (heterogenen) Katalyse von zentraler Bedeutung ist.

AEROPERL® kann, als stabiler Katalysatorträger eingesetzt, trotz hoher Scherkräfte während des Prozesses als intaktes Granulat wiedergewonnen werden.

## 2.7 Dispersionen

Bedingt durch die spezielle Teilchenstruktur/-morphologie ist die Stampfdichte von pyrogen erzeugten Metalloxiden relativ niedrig. Des Weiteren ist die Restfeuchte relativ gering, so dass im Falle von AEROSIL® noch nicht alle möglichen Silanolgruppen gebildet wurden. Das hat nun Vor- und Nachteile. Beim Einsatz von AEROSIL® in Gel-Batterien ist das ein großer Vorteil; bei der Dispergierung in Wasser ist die Benetzung jedoch etwas reduziert. Eine Handhabung dieser „luftig lockeren“ Pulver ist nur mit entsprechender Sorgfalt zu bewerkstelligen, um Staubbildung zu vermeiden.

Prinzipiell ist zwar auch die manuelle Zugabe von Pulvern z.B. aus Säcken zur flüssigen Phase möglich, es sollte jedoch dann für eine ausreichende Absaugung der entstehenden Stäube gesorgt werden. Staubärmer lassen sich die Produkte mit Hilfe eines Vakuums

einsaugen und in entsprechende Ansatzbehälter fördern. In idealer Weise wäre dieses Produkt-/Luftgemisch direkt mit der Flüssigkeit in innigen Kontakt zu bringen, um eine schnelle Benetzung zu ermöglichen. Entsprechende Aggregate sind erhältlich. So kann man z.B. das Gemisch mit Hilfe eines abgetauchten Rohres direkt in die Flüssigkeit fördern oder man verwendet einen Vakuumdissolver und zieht das pyrogene Metalloxid direkt in die Flüssigkeit ein. Des Weiteren könnte man z.B. Aggregate der Firma Ystral (Leitstrahlmischer mit Produkteinsaugung, oder Aggregate der Conti TDS Reihe) verwenden, mit denen es möglich ist, sowohl das Material direkt aus der Verpackung einzusaugen als auch danach mit dem gleichen Aggregat zu dispergieren. Detaillierte Information finden Sie in unserer Technischen Informationen [7] „Successful Use of AEROSIL® Fumed Silica in Liquid Systems“.

Hierbei ist aber unbedingt zu beachten, dass durch diese Pulverförderung eine elektrostatische Aufladung des Pulvers erfolgen kann. Hinweise dazu finden Sie in der Broschüre: „Synthetic Silica and Electrostatic Charges“. Die Förderleitungen sollten geerdet sein. Wird in explosionsgefährdeten Bereichen gefördert (z.B. in Lösungsmittel), so ist die elektrostatische Aufladung der Partikel unbedingt zu vermeiden oder durch eine Inertisierung der Behälteratmosphäre eine Explosionsgefahr zu reduzieren. Hierbei muss aber auch berücksichtigt werden, dass nicht nur durch das Produkt aufgrund des geringen Schütt- bzw. Stampfgewichtes noch Luft eingeschleppt wird sondern auch beim Einsaugen mit Vakuum die mit eingezogener Umgebungsluft eine zuvor vorhandene Inertisierung der Behälteratmosphäre zunichte machen kann.

Bezüglich der Dispergierung muss man verschiedene Teilschritte unterscheiden. Als erstes muss das Pulver von der Flüssigkeit benetzbar sein. Wird das Pulver nun benetzt, so muss als nächster Schritt die Luft verdrängt werden. Nun kann durch Energieeintrag das Pulver deagglomert werden.

Hier ist noch einmal eine Begriffsdefinition sinnvoll. Wir müssen zwischen Primärteilchen, Aggregaten und Agglomeraten unterscheiden.

Das Aggregat besteht aus versinterten Primärteilchen. Je nach Produkt sind die Sinterhähle unterschiedlich dick und ausgeprägt.

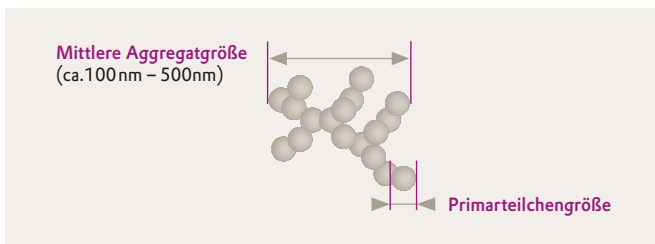


Abbildung 25: Idealierte Darstellung von Primärteilchen- und Aggregatgröße schematisch dargestellt

Die Agglomerate bestehen nur aus vergleichbar locker zusammen gelagerten Aggregaten. Der Zusammenhalt wird durch schwache Kräfte wie Wasserstoffbrückenbindungen, Van-der-Waals-Kräfte und Kapillarkräfte bewerkstelligt. Um nun Agglomerate zu zerstören, also das Produkt zu deagglomerieren, muss Energie aufgewendet werden.

Diese Energie kann in Form von Scherenergie oder direktem Prallkontakt eingebracht werden. In einem milden Rührprozess werden üblicherweise nur geringe Energieeinträge möglich sein. Ein Dissolver kann bei richtiger Fahrweise zur Deagglomierung genutzt werden. Hierzu ist es erforderlich, die optimale Viskosität einzustellen. Die Viskosität einer Dispersion ist neben der Viskosität der verwendeten Flüssigkeit in erster Linie durch die Konzentration und die Feinheit des Pulvers bestimmt. Als weiterer Einflussfaktor kommt eine physikalisch-chemische Wechselwirkung der Teilchenoberflächen hinzu.

Die optimale Viskosität ist bei der Dissolverdispergierung dann erreicht, wenn der sogenannte „doughnut effect“ eintritt. Bei richtiger Auslegung des Dissolvers (Durchmesser des Behälters, Durchmesser der Dissolverscheibe und Abstand der Dissolverscheibe vom Boden), ausreichender Drehzahl (üblicherweise Umfangsgeschwindigkeiten von 20 – 40 m/s) und steigender Konzentration wird bei der Betrachtung der Oberfläche der Dispersion im Behälter eine „Produktwulst“ in Form eines „doughnut“ sichtbar. Nähere Informationen können Sie der Technischen Information TI 1279 „Successful Use of AEROSIL® Fumed Silica in Liquid Systems“ entnehmen.



Abbildung 26: Dissolverdispergierung

Auch bei der Dispergierung mit anderen Dispergieraggregaten wie Rotor/Stator, Kugelmühlen, Homogenisatoren oder Knetern ist immer auf den für das Verfahren und das genutzte Aggregat optimalen Viskositätsbereich zu achten.



Sind die herrschenden Energiedichten ausreichend hoch, so kann auch das Aggregat, aufgebrochen werden. Hierzu eignen sich z.B. Perlmühlen mit sehr kleinen Mahlkörpern ( $< 0,5 \text{ mm}$ ), die mit einer ausreichend langen Vermahldauer und hoher Mahlenergie bereits in der Lage sind, Dispersionen mit einer mittleren Teilchengröße von unter  $100 \text{ nm}$  zu erzeugen. In vielen praxisrelevanten Beispielen liegt die Aggregatgröße zwischen  $100$  und  $500 \text{ nm}$ . Hierbei ist jedoch zu berücksichtigen, dass auch die Oberfläche der Mahlkugeln nicht mehr zu vernachlässigen ist und Kontaminationen des Mahlkugelmateriale sich zunehmend im Produkt befinden können.

Neben diesen mehr mechanischen Voraussetzungen muss jedoch auch durch Additive dafür gesorgt werden, dass auch nach der Vermahlung der Partikel die erreichte Feinheit erhalten bleibt. Eine Reagglomeration ist zu unterbinden.

### Grundsätzlich lassen sich vier Stabilisierungsprinzipien unterscheiden:

#### 1. Elektrostatische Stabilisierung

Die Partikeloberfläche wird durch Additive ausreichend hoch geladen, sodass sich die gleichsinig geladenen Partikel abstoßen, man spricht von einem ausreichend hohen Zetapotential, wobei es unerheblich für die Stabilisierung ist, ob nun hohe positive oder negative Oberflächenladungen erreicht werden. In einigen Fällen ist dies bereits durch Einstellung eines geeigneten pH-Wertes möglich. Ein geeigneter pH-Bereich kann durch Bestimmung des Zetapotentials bei unterschiedlichen pH-Werten gefunden werden. Leider ist das nicht immer hinreichend. Bedingt durch einige immer noch mögliche chemische Reaktionen kann der ermittelte stabile Bereich von dem in der Praxis als stabil erwiesener pH-Bereich abweichen.

#### 2. Sterische Stabilisierung

Bekannt ist die Wirkung von Tensiden, die üblicherweise eine polare Seite und eine unpolare Seite im Molekül besitzen. Ist z.B. die polare Seite in der Lage mit der Oberfläche eine intensive Wechselwirkung zu ermöglichen, so richten sich die unpolare Bereiche des Moleküls nach außen. Sind diese Bereiche z.B. ausreichend lang, so kann der Partikel in der Flüssigkeit wie ein Igel mit langen Stacheln aussehen. Die Stabilisierung erfolgt nun nicht direkt durch mechanische Abstandhalter, sondern durch unterschiedliche lokale osmotische Drücke. Nähern sich zwei Partikel, sodass ihre „Stacheln“ jeweils in den anderen „Stachelbereich“ eindringen, so wird lokal eine höhere Konzentration an „Stacheln“ bzw. Molekülen erreicht. Die höhere Konzentration versucht

nun die Flüssigkeitsmoleküle durch hinein diffundieren in diesen Konzentrationsbereich zu verdünnen. Dabei entsteht in diesem Bereich ein höherer Druck (osmotischer Druck). Dieser Druck lässt nun die Partikel wieder auseinandertreiben.

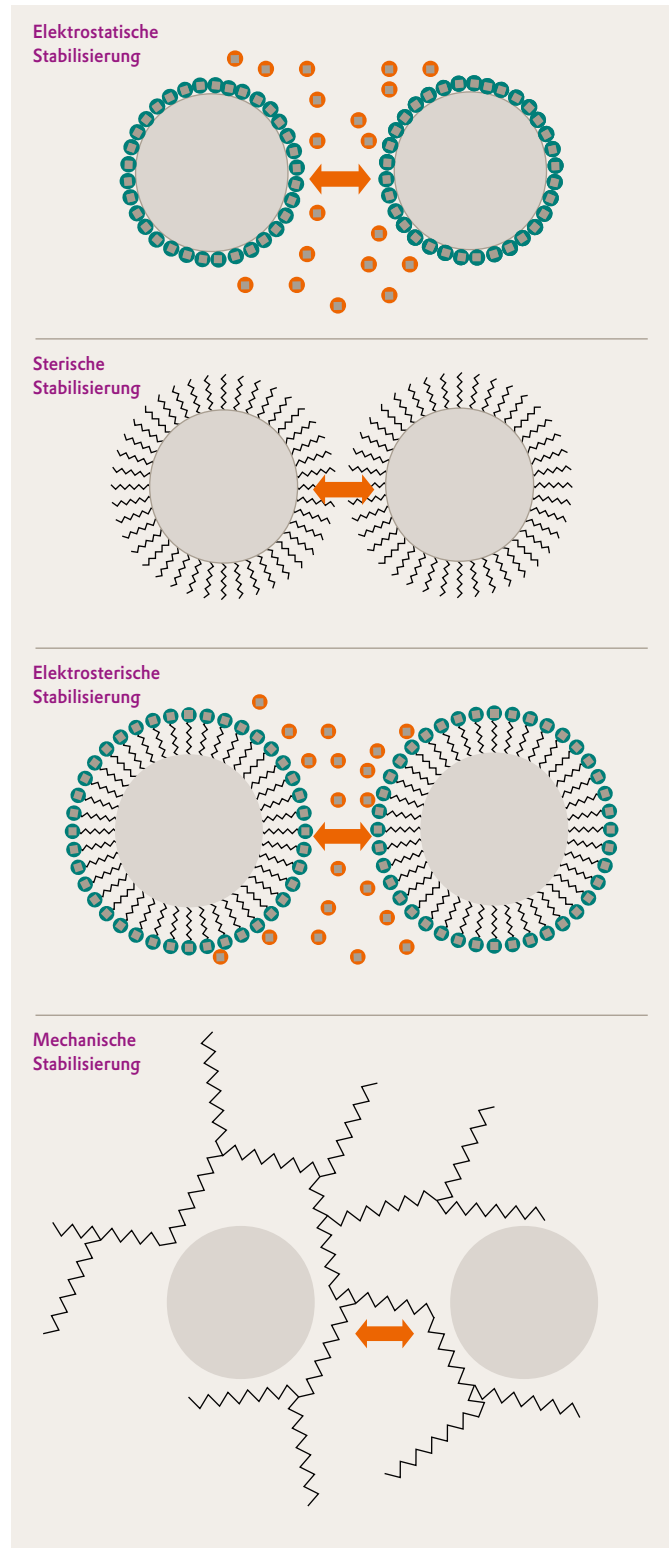


Abbildung 27: Übersicht der vier Stabilisierungsprinzipien



### 3. Elektrosterische Stabilisierung

Durch Kombination der beschriebenen Effekte unter 1 und 2 lässt sich nun auch eine Stabilisierung der Dispersion erreichen. Hierzu muss natürlich auch die Flüssigkeit ausreichend polar sein, um eine Ladung der Partikeloberflächen zu ermöglichen.

### 4. Mechanische Stabilisierung

Als viertes Prinzip kann man eine reine mechanische Stabilisierung anführen. Rein formal ist dies keine „echte“ Stabilisierung und wird daher in den einschlägigen Lehrbüchern selten erwähnt, aber entscheidend ist jedoch die Praxis. Soll ein Material an einer Reagglomeration gehindert werden, z.B. weil kein wirksames Additiv bekannt ist oder nicht eingesetzt werden darf, so kann durch Erhöhung der Viskosität der homogenen Phase eine Bewegung der Partikel in der Flüssigkeit so weit gehemmt sein, dass das Material quasi in der hochviskosen Umgebung gefangen ist.

Wie bereits erwähnt können beim Einsatz ausreichend hoher Energiedichten mit Evonik Produkten Dispersionen mit Partikeln deutlich unter einem Mikrometer erreicht werden. Für dieses auch als „top down“ Prozess bezeichnete Verfahren sind entsprechend starke Mahlaggregate notwendig.

können durch spezielle Additive diese Partikel mit Oberflächen zur Verfügung gestellt werden, die entweder positiv oder negativ geladen sind. Je nach Anwendung und Formulierung muss diese Oberflächenladung berücksichtigt werden, um Inkompatibilitäten zu vermeiden. Für einige Anwendungen kann jedoch auch gerade diese Inkompatibilität gewünscht sein. Bei hochqualitativen Ink-Jet-Papieren wird durch eine kationische Ladung von AEROSIL® Partikeln dafür gesorgt, dass die üblicherweise negativ geladenen Farbstoffmoleküle möglichst nahe der Papieroberfläche fixiert werden, das Wasser der Tinte kann von tiefer liegenden Schichten adsorbiert werden. Das Resultat ist ein farbkraftiges scharfes Druckbild. Nähere Information darüber können Sie der Industrie Broschüre „AEROSIL® for Photo Inkjet Media“ entnehmen.

Durch ein weiterentwickeltes Hochenergiemahlverfahren kann Evonik eine Vielzahl von Materialien auch als feinteiligen Dispersionen auf nicht wässriger Basis mit einer hohen Konzentration und trotzdem relativ niedrigen Viskositäten anbieten.

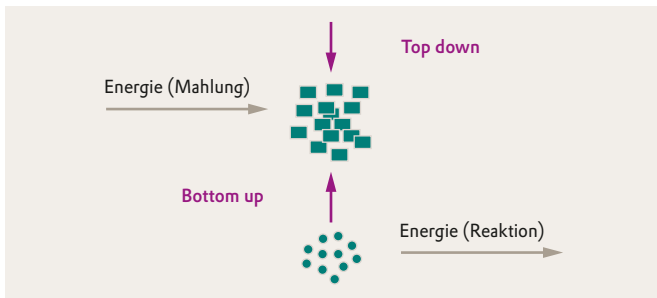


Abbildung 28: „top down“ – „bottom up“ Prozess

Nicht für alle Kunden lohnt sich dieser verfahrenstechnische Aufwand und das Auffinden geeigneter Additive. Evonik bietet bereits seit den 60'er Jahren einige pyrogen erzeugte Kieselsäuren in dispergierter Form an.

In den letzten 10 Jahren wurde diese Produktpalette erweitert. Detaillierte Hinweise über die Dispersionen von Evonik finden Sie in der Industrie Broschüre „AERODISP® Dispersionen aus pyrogener Kieselsäure und Metalloxiden“. So ist fast jede pyrogen erzeugte hydrophile Kieselsäure in dispergierter Form zu erhalten. Auch einige hydrophobe Produkte sind in Lösungsmitteln erhältlich. Des Weiteren



Abbildung 29: 1951 reicht Degussa das erste Patent für Dispersionen basierend auf AEROSIL® ein

Sie wollen ein Produkt mit  
exzellenten Grundeigenschaften,  
das sich perfekt auf Ihre  
speziellen Anforderungen  
anpassen lässt?

## Eigenschaften

---

- Amorpher Aufbau, Reinheit
- Teilchenfeinheit und Oberfläche
- Spezielle physikalisch-chemische Daten
- Oberflächenchemie

Einleitung

Herstellung

Eigenschaften

Produkte

Anwendungstechnische Effekte

Qualität und Produktsicherheit

Handhabung und Verfügbarkeit

Anhang

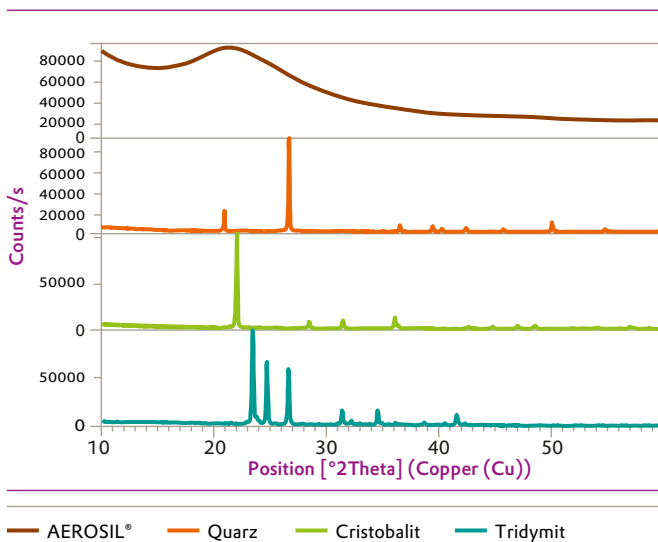
# 3. Eigenschaften

## 3.1 Amorpher Aufbau, Reinheit

### 3.1.1 Amorpher Aufbau

Die chemische Summenformel von AEROSIL® lautet, wie bereits gezeigt,  $\text{SiO}_2$ . Dabei ist allerdings zu bedenken, dass in Wirklichkeit keine isolierten  $\text{SiO}_2$  Moleküle vorliegen. Die Siliciumatome betätigen vielmehr kovalente Einfachbindungen zu vier direkt benachbarten Sauerstoffatomen. Jedes Atom genügt somit der Oktettregel. Aus energetischen Gründen nehmen die Bindungselektronenpaare den größtmöglichen Abstand voneinander ein; sie sind also tetraedrisch angeordnet.

Abbildung 30



Röntgenbeugungsaufnahmen von AEROSIL®, Cristobalite, Quarz und Tridymit

Die  $\text{SiO}_4$ -Tetraeder dienen als Grundbaustein für den Aufbau des makromolekularen Netzwerkes. Dabei sind prinzipiell zwei Möglichkeiten denkbar: die  $\text{SiO}_4$ -Tetraeder können regelmäßig oder auch völlig regellos angeordnet sein. In der Natur vorkommende kristalline Kieselsäure-Modifikationen wie Quarz, Cristobalite oder Tridymit bestehen in ihrer Gesamtheit aus genau definierten, völlig identischen Struktureinheiten, den sogenannten Elementarzellen. Durch den regelmäßigen Aufbau der Kristallgitter werden Röntgenstrahlen an den Gitter- oder Netzebenen unter Interferenzerscheinungen gebeugt. Alle synthetischen Kieselsäuren von Evonik zeigen ein völlig anderes Verhalten. Die  $\text{SiO}_4$ -Tetraeder sind regellos angeordnet, wie Abbildung 30 an der Abwesenheit von definierten kristallinen Röntgenbeugungsreflexen zeigt. AEROSIL® ist daher röntgenamorph. Der amorphe Charakter kann auch

mittels hochauflösender Transmissionselektronenmikroskopie bewiesen werden (s. Kap. 3.2.1). Im Gegensatz zu Gläsern, die ein dreidimensionales Gerüst mit unendlicher Ausdehnung (gemessen an atomaren Dimensionen) bilden, besitzt amorphes AEROSIL® ein partikuläres Gefüge.

AEROSIL® liefert keine scharfen Röntgenreflexe, sondern nur schwache sehr diffuse Intensitätsmodulationen. Diese Beugungserscheinungen sind mit einem ungeordneten Netzwerkmodell interpretierbar [8]. Sie sind auf Nahordnungszustände zurückzuführen, deren Reichweite in nicht-kristallinen Stoffen im Vergleich zur Partikelgröße hochdisperser Stoffe stets klein ist (siehe auch Seite 38).

Bei Kieselgläsern liegen diese in der Größenordnung von ca. 1,3 nm, bei Fällungskieselsäuren bei ca. 1,2 bis 1,0 nm und bei AEROSIL® und Lichtbogenkieselsäuren bei ca. 0,9 bzw. 0,8 nm [9]. Der Übergang von einem geordneten in einen ungeordneten Zustand vollzieht sich also bereits nach der dritten Tetraeder-Koordinationsosphäre. Bezüglich dieser Nahordnungstendenz besitzt AEROSIL® im Vergleich zu anderen  $\text{SiO}_2$ -Produkten die größte strukturelle Unordnung [9]. Es soll hier ausdrücklich betont werden, dass die Nahordnungsbereiche nicht mit einer Kristallinität gleichzusetzen sind.



Abbildung 31: Schematische Anordnung der  $\text{SiO}_4$ -Tetraeder in AEROSIL® nach einem Modell von EVANS und KING [10]. Die Kreise symbolisieren Sauerstoffatome; in den Zentren der Tetraeder sitzen die Siliciumatome

Nach EVANS und KING kann man sich das SiO<sub>2</sub>-Netzwerk wie in Abbildung 31 gezeigt vorstellen. Durch Berechnung der radialen Verteilungsfunktion wurde ein Si-O-Bindungsabstand von 0,152 nm und ein Si-Si-Bindungsabstand von 0,312 nm bestimmt. Der Si-O-Si-Bindungswinkel weist eine beachtliche Schwankungsbreite von 120–180 Grad auf [11].

### 3.1.2 Reinheit

#### Kohlenstoffgehalt

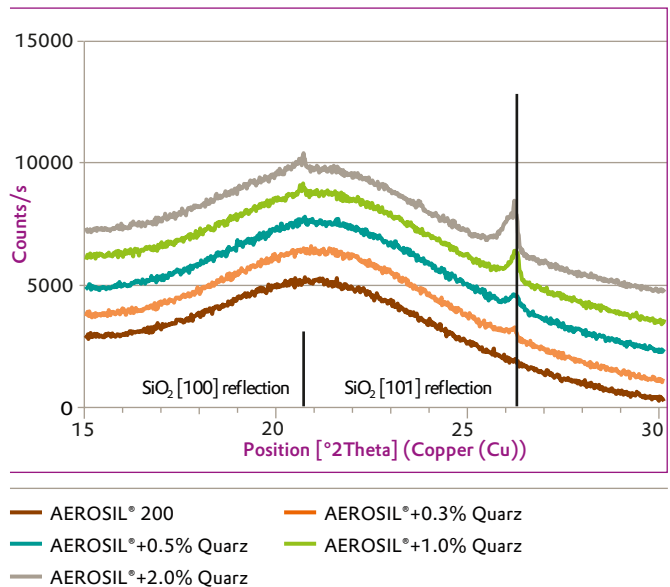
Der Kohlenstoffgehalt in AEROSIL® kann als Kennzahl des Oberflächenbehandlungsumfangs verwendet werden. Die Bestimmung des Kohlenstoffgehalts erfolgt mittels Trägergasheißextraktionsanalyse (z.B. Geräte der Firma LECO, Typ CS 244 oder CS 600). Dabei wird Probenmaterial in einen Keramiktiegel eingewogen, mit Verbrennungszuschlägen versehen und in einem Induktionsofen unter einem Sauerstoffstrom erhitzt. Der vorhandene Kohlenstoff wird hierbei zu CO<sub>2</sub> oxidiert. Diese Gasmenge wird über Infrarotdetektoren quantifiziert. Vor der eigentlichen Messung wird eine Kalibrierung des Geräts mit geeignetem Referenzmaterial durchgeführt. Die Kohlenstoffnachweisgrenze dieser analytischen Methode liegt bei 300 µg/g.

#### Amorpher Aufbau von AEROSIL®

Da insbesondere Quarzstaub, aber auch Cristobalit-, Tridymit- und Coesit-haltige Stäube silikogen wirken [12,13], ist der amorphe Aufbau von AEROSIL® von besonderer Bedeutung. Weder IR-spektroskopisch, mit Hilfe der Differentialthermoanalyse noch mittels Röntgenbeugung konnten kristalline Anteile in AEROSIL® Proben beobachtet werden (s. Kap. 3.1). In Abbildung 32 sind Röntgenbeugungsaufnahmen von AEROSIL® 200 und von AEROSIL® / Quarz-Abmischungen im Winkelbereich 15° bis 30° (2θ) dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass in reinem AEROSIL® 200 keine kristallinen Reflexe vorliegen. Auf der anderen Seite zeigt das Röntgenbeugungsdiagramm der AEROSIL® Abmischung ab 0,3% Quarz einen nachweisbaren kristallinen Reflex bei 26,6° (2θ) (Abbildung 32).

Die röntgenographische Nachweisbarkeitsgrenze von mäßig fehlgeordnetem Cristobalit in Kieselglas liegt unterhalb von 0,3%.

Abbildung 32



Winkelregion der [100] und [101]-Reflexe von α-Quarz, dargestellt an AEROSIL® 200/α-Quarz-Mischungen. AEROSIL® 200 selbst zeigt keinen Reflex, ist deshalb röntgenamorph. Diffraktometer X'Pert MPD Pro, CuK α-Strahlung, 40 kV und 40 mA, Messzeit pro Schritt 80 s

#### Metallische Spurenverunreinigungen

Als Edukte bei der AEROSIL® Produktion dienen leicht flüchtige Siliciumverbindungen, die durch Destillation aufbereitet werden und somit sehr rein sind. Bei der Flammenhydrolyse fällt als einziges Nebenprodukt gasförmiger Chlorwasserstoff an, der sich nahezu vollständig vom Feststoff abtrennen lässt. Das Resultat ist ein Produkt hoher Reinheit. Der SiO<sub>2</sub>-Gehalt von AEROSIL® ist beispielsweise größer als 99,8%. Daher entspricht z.B. AEROSIL® 200 den Forderungen der Monographien zahlreicher Pharmakopöen und offizieller Spezifikationen (Tabelle 6). Speziell für die pharmazeutische Industrie bietet Evonik unter dem Handelsnamen AEROSIL® 200 Pharma, AEROPERL® 300 Pharma, AEROSIL® 300 Pharma, AEROSIL® 200 VV Pharma und AEROSIL® R 972 Pharma Produkte an, die gemäß dem Europäischen, Amerikanischen und Japanischem Arzneibuch (EP, USP/NF und JP) auf folgende Parameter geprüft werden:

- EP 0434 "Silica, Colloidal Anhydrous": Identification, pH, Chloride, Heavy Metals, Loss on ignition, Assay
- EP 2208 "Silica, Hydrophobic Colloidal": Identification, Chloride, Heavy Metals, Water-dispersible fraction, Loss on ignition, Assay
- Determination according to USP/NF "Colloidal Silicon Dioxide": Identification, pH, Loss on drying, Loss on ignition, As, (leachable), Assay
- JP XV "Light Anhydrous Silica Acid": Identification, Chloride, Heavy metals, Aluminium, Iron, Calcium, Arsenic, Loss on drying, Loss on ignition, Volume test, Assay

Üblicherweise wird die Reinheit von AEROSIL® mittels ICPMS (inductively coupled plasma mass spectrometry) ermittelt. Dazu wird das Probenmaterial in Flusssäure gelöst und die Matrix als  $H_2SiF_6$  bei niedriger Temperatur abdestilliert. Durch Zugabe eines Komplettierungsmittels kann über dieses Verfahren auch der Borgehalt bestimmt werden. Um die hochreinen Qualitäten analysieren zu können, sind diese Arbeitsschritte in einer Reinraumumgebung durchzuführen.

**Tabelle 6**

Element	$\mu\text{g/g} = \text{ppm}$	Element	$\mu\text{g/g} = \text{ppm}$
Al	$\leq 10$	Mg	$\leq 0,3$
Ca	$\leq 0,3$	Na	$\leq 0,5$
Cr	$\leq 0,4$	Ni	$\leq 0,3$
Cu	$\leq 0,05$	P	$\leq 0,1$
Fe	$\leq 3$	Ti	$\leq 1$
K	$\leq 0,5$	Zr	$\leq 0,2$
Li	$\leq 0,05$		

Spurenverunreinigungen von Standard AEROSIL® Typen (keine Spezifikationen)

Schwermetalle, wie Pb, As, Cd, Hg, Sn, Sb, Bi und Tl liegen alle im Bereich von  $< 0,05 \mu\text{g/g}$ , genauso wie seltene Erden.

Seltene Erden: je  $< 0,05 \mu\text{g/g}$

Höhere AEROSIL® Reinheitsgrade werden aus hochreinen Precursoren hergestellt. Diese Produkte enthalten metallische Spurenelement-Verunreinigungen nur im ppb-Bereich (ng/g).

Bei der Herstellung und Verpackung werden keine Lösungsmittel verwendet (siehe Kap. 2.1).

## 3.2 Teilchenfeinheit und Oberfläche

Der amorphe Aufbau von AEROSIL® und die regellose Anordnung der  $SiO_4$ -Tetraeder wurden in 3.1 beschrieben. Auf die makroskopische Ausdehnung und Gestalt der Partikel wird an dieser Stelle eingegangen.

Visuell wird AEROSIL® als lockeres, weißes Pulver identifiziert. Tatsächlich besteht AEROSIL® aus ca. 98 Vol-% Luft (Dichte AEROSIL®  $2,2 \text{ g/cm}^3$ , Stampfdichte von AEROSIL® „normale“ Ware ca.  $50 \text{ g/l}$ ). Es lässt sich mit kleinen Druckluftstößen leicht fluidisieren und somit auch in Silos problemlos handhaben. Abbildung 33 verdeutlicht anhand einer einfachen Labordemonstration dieses Verhalten.



**Abbildung 33:** Einfache Labordemonstration zur Fluidisierung von AEROSIL®. An der Glasfritte liegt Druckluft von etwa 0,2 bar

### 3.2.1 Agglomerat- und Aggregatgröße mittels Streulichtverfahren

Die tatsächlichen Teilchengrößenverteilungen von AEROSIL®, wie auch von vielen anderen Pulvern, hängen wesentlich vom untersuchten Partikelmerkmal (z.B. Beugungsdurchmesser oder Feststoffvolumen) und von der Dispergiermethode (Dispergiermedium und Dispergierkräfte) ab. Strenggenommen gilt die Streutheorie nur für sphärische Teilchen. Daher liefert ein Streulichtverfahren, wie die Laserbeugung, den Durchmesser einer Kugel mit äquivalentem Streuquerschnitt.

AEROSIL® Teilchen, die in einen Luftstrom dispergiert werden, liegen durchweg als Agglomerate vor. Nach der Laserbeugungsmethode werden für die verschiedenen Typen vergleichsweise ähnliche Verteilungen (zwischen 4 und 200 µm) mit Mittelwerten um 40 µm gefunden, ohne signifikante Anteile im Submikronbereich. Gefällte Kieselsäuren zeigen demgegenüber etwas breitere Verteilungen.

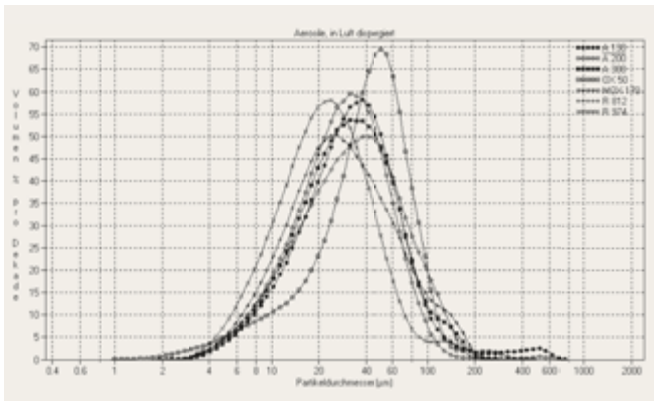


Abbildung 34: Teilchengrößenverteilung verschiedener AEROSIL® Typen bei Dispergierung in Luft nach der Laserbeugungsmethode

Diese Partikelgrößen dürfen jedoch nicht als „aerodynamischer Durchmesser“, der eine wichtige Kennzahl für das Inhalationsverhalten darstellt, interpretiert werden, da es sich bei letzterem um einen auf die relative Dichte von 1 normierten Wert handelt. Aufgrund ihrer Eigenschaften liegt die für das Sinkverhalten in ruhender Luft maßgebende effektive Dichte der Kieselsäurepartikel weit unter ihrer Feststoffdichte, wodurch sich deutlich kleinere aerodynamische Durchmesser ergeben.

Bei der Dispergierung von AEROSIL® in einer Flüssigkeit zeigen sich deutliche Unterschiede in der Partikelgrößenverteilung in Abhängigkeit von den Dispergierbedingungen, z.B. durch Ultraschallbehandlung.

AEROSIL® Partikel, die ohne die Anwendung zusätzlicher Dispergierkräfte auch in wässriger Dispersion überwiegend als grobe Agglomerate, vergleichbar mit den im Luftstrom gemessenen Agglomeraten, vorliegen, zerfallen schon bei vergleichsweise geringer Einwirkung von Ultraschall in wesentlich kleinere Teilchen (Aggregate und stabilere kleine Agglomerate). Primärteilchen sind jedoch nicht nachweisbar. Die hydrophobierten AEROSIL® Typen weisen eine etwas höhere Stabilität auf.

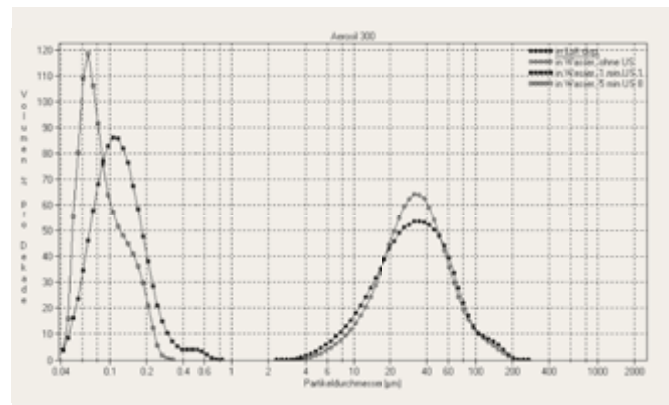


Abbildung 35: Einfluss der Dispergierenergie auf das Partikelspektrum (AEROSIL® 300; Laserbeugungsmethode, Dispergierung in Luft und Wasser mit unterschiedlicher Ultraschallintensität (0 min, 1 min Stufe 1 und 5 min Stufe 8))

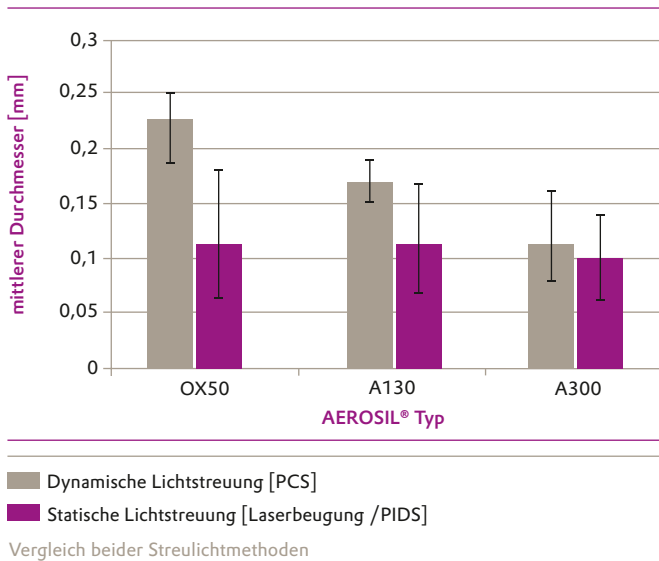
Bei der Dispergierung mit starken Scherkräften (Ultraschallbehandlung) liegen die AEROSIL® Typen überwiegend als Aggregate im Submikronbereich vor. Zur Untersuchung in diesem Größenbereich eignet sich insbesondere die Dynamische Lichtstreuung (Photonenkorrelationspektrometrie PCS).

Ein Vergleich beider Streulichtmethoden (dynamische und statische Lichtstreuung) zeigt für verschiedene AEROSIL® Typen vergleichbare Ergebnisse, d.h. enge Partikelverteilungen im Submikronbereich.

Mit zunehmender spezifischer Oberfläche werden die mit PCS bestimmten mittleren Partikelgrößen kleiner und nähern sich den Laserbeugungswerten (PIDS) an. Die PCS-Messungen lassen ebenfalls nur eine monomodale enge Verteilung erkennen. Partikel im Bereich der Größe von Primärteilchen, die etwa 10–30 nm groß sind und ebenfalls im Messbereich dieser Methode liegen, liegen in der Suspension nicht vor.



Abbildung 36



### 3.2.2 Teilchengröße und Struktur

#### REM

Rasterelektronenmikroskopische (REM) Aufnahmen zeigen die Morphologie von AEROSIL® 200 im Auslieferungszustand. Das Material wurde auf einen REM-Probenhalter aufgestäubt und in Aufsicht photographiert. Es wurde ein Feldemissions-Rasterelektronenmikroskop (FE-REM) eingesetzt, um tiefscharfe Aufnahmen bis in den Nanometerbereich hinein zu erhalten.

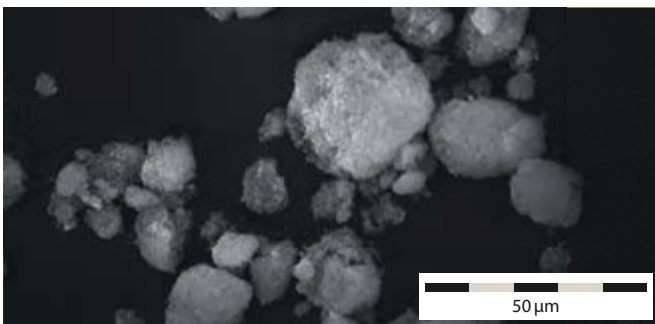


Abbildung 37a: Übersichtsaufnahme eines Agglomeratverbundes

Die REM-Übersichtsaufnahme Abbildung 37a zeigt sphärische Strukturen (Agglomerate) im ein- bis mehrstelligen Mikrometerbereich, die beim Aufbringen auf den REM-Probenhalter aus dem kompaktierten Material durch Zerfallen bei Einwirkung von Scherkräften (Dispergierung in Luft) entstanden. Erst mit steigender Vergrößerung (Abbildung 37b und 37c) wird erkennbar, dass dieser lockere Verbund aus einem stark verzweigten Arrangement von Agglomeraten kleinerer Bausteine (den Aggregaten) bestehen. Werden diese Agglomerate z.B. in einem flüssigen Medium dispergiert, diese Dispersion dann zudem sehr stark verdünnt und auf einen REM-Probenhalter aufgetrocknet, erhält man bei hoher Vergrößerung REM-Aufnahmen wie in Abbildung 37d. Die Agglomerate werden durch Dispergierung wieder in Aggregate separiert (Abbildung 37d), aus denen die Agglomerate (Abbildungen 37a, 37b, 37c) durch Kompaktieren vor dem Verpacken in Transportgefäße generiert wurden. In Abbildung 37d ist sehr deutlich der Aufbau eines einzelnen Aggregates erkennbar: es besteht aus miteinander verschmolzenen, nicht weiter zu trennenden Primärteilchen.

#### TEM

Zur exakten Bestimmung von Teilchengrößen ist die Rasterelektronenmikroskopie nicht geeignet, da die Probe mit einem leitfähigen Film belegt werden muss. Hier setzt die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) ein. Im TEM-Gerät werden die isolierten Aggregate mit hochenergetischen Elektronen durchstrahlt. Aufladungseffekte spielen hier keine

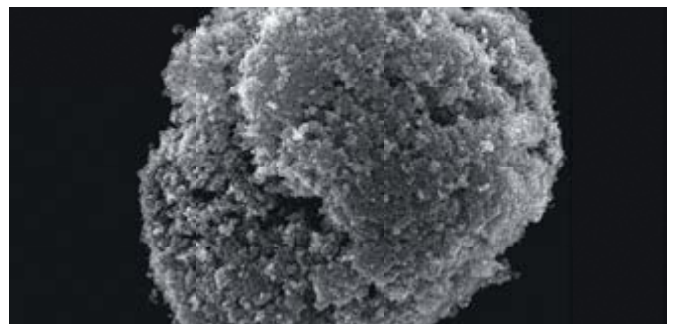


Abbildung 37b: Übersichtsaufnahme eines Agglomerates

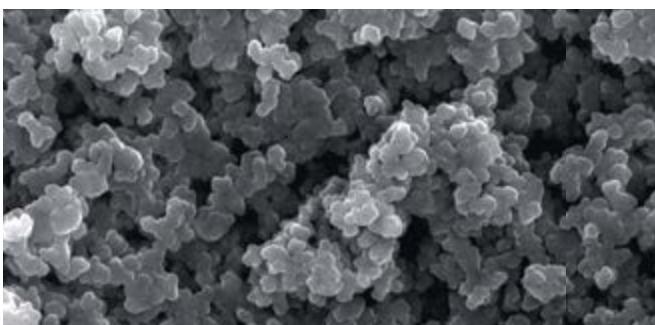


Abbildung 37c: Feinstruktur des Agglomerates

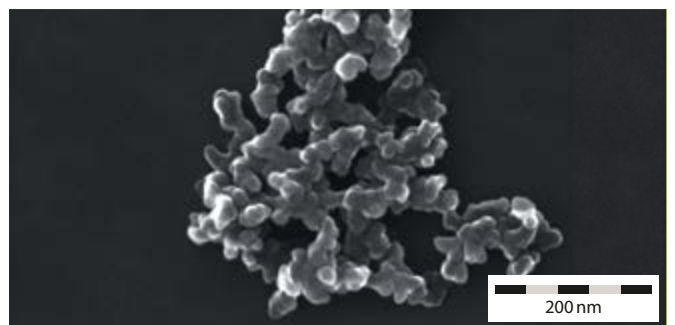


Abbildung 37d: Einzelnes Aggregat



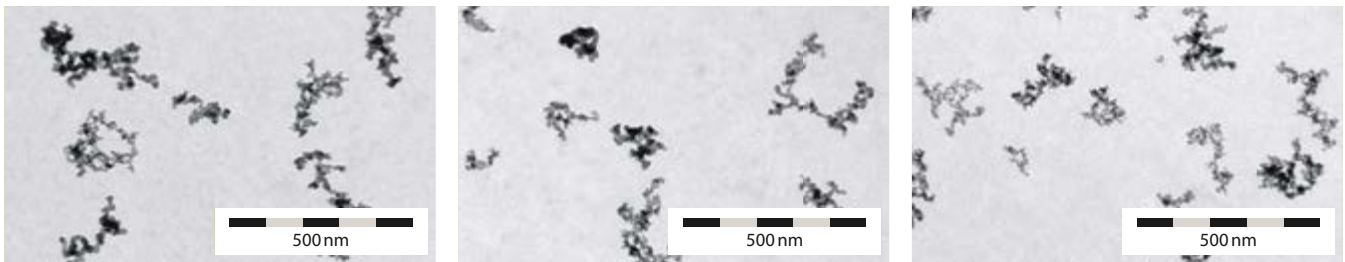


Abbildung 38: TEM-Aufnahmen von AEROSIL® Aggregaten

AEROSIL® 130

AEROSIL® 200

AEROSIL® 380

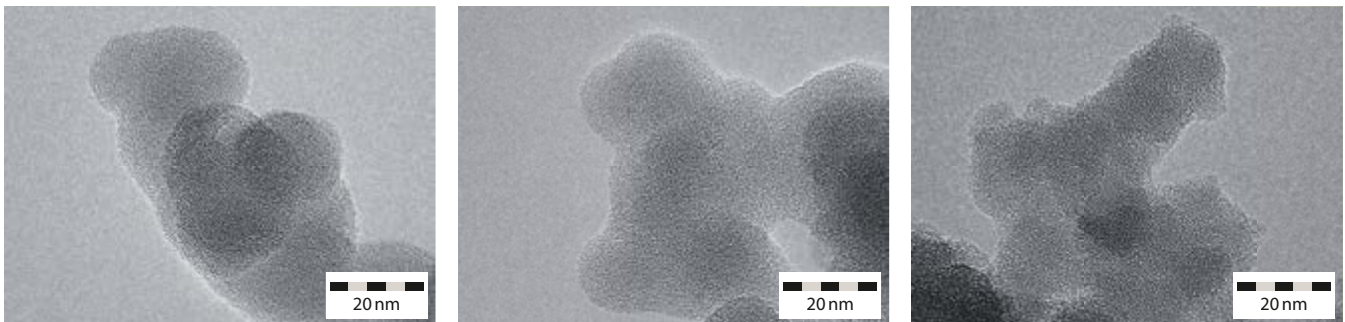


Abbildung 39: HR-TEM-Aufnahmen. Verwachsungszonen der Primärstrukturen

AEROSIL® 130

AEROSIL® 200

AEROSIL® 380

Rolle und die Teilchen können im Originalzustand unverfälscht fotografiert werden. TEM ist als einzige direktabbildende Methode geeignet, die charakteristischen Aggregatformen und Aggregatgrößen zu bestimmen und auszumessen, die im Herstellungsprozess ebenso maßgeschneidert werden können wie die Primärteilchengrößen [14].

Die TEM-Aufnahmen lassen anhand der Produkttypen AEROSIL® 130, AEROSIL® 200 und AEROSIL® 380 erkennen, wie sich die Partikelgrößen und Partikelmorphologien in der Flammensynthese variieren lassen. In allen Fällen handelt es sich um Aggregate, die im Flammenprozeß durch Nukleation, Wachstum, Koagulation und intensiver Verwachsung aus den Primärteilchen gebildet werden.

TEM-Aufnahmen bei höherer Vergrößerung (HR-TEM) zeigen, dass die Verwachsungszonen innerhalb dieser Aggregate eine intensive Überlappung und damit einen ausgeprägten Durchdringungsgrad der Primärstrukturen aufweisen, und daher eher als „Bottlenecks“ bezeichnet werden und nicht aus eher schmalen Kontaktstellen von „Perlenketten“ diskreter Bausteine bestehen. Eine Separation einer Primärstruktur aus ihrem Aggregatverband würde daher das Aufbrechen zahlreicher O-Si-O-Bindungen und damit einen sehr hohen Energieeintrag erfordern.

Das Innere der Aggregate, sowohl der Primärteilchen als auch der Verwachsungszonen, ist amorph (Abbildung 40).

## Vergleich HR-TEM-Aufnahmen

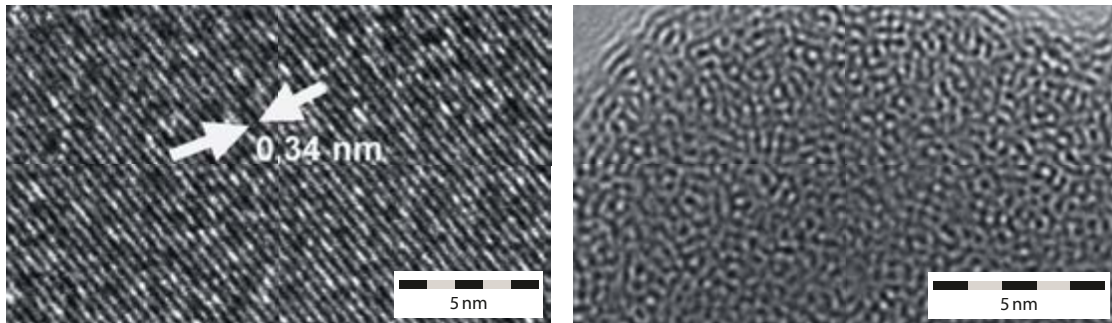


Abbildung 40: HR-TEM-Aufnahmen

kristallines Material: Quarz, Gitterebenenabbildung;  
Gitterebenenabstand 0,34 nm für hkl 101

amorphes Material: AEROSIL®

Diese Bilder oben sind in perfektem Einklang mit dem Strukturmodell amorpher Silica gemäß Abbildung 31 (Kapitel 3.1) und den röntgenographischen Befunden. AEROSIL® besteht aus einem dreidimensionalen Netzwerk statistisch angeordneter  $\text{SiO}_4$ -Tetraeder mit ausschließlich kurzreichweitiger Nahordnung. Die TEM-Aufnahme zeigt eine zweidimensionale Projektion des dreidimensionalen Netzwerks der  $\text{SiO}_4$ -Tetraeder in der aktuellen Fokusebene des TEM-Gerätes.

### IINS (inelastische, inkohärente Neutronenstreuung)

Die Ergebnisse von Röntgenbeugungs- und HR-TEM-Untersuchungen zur Amorphizität von AEROSIL® werden zudem von einer dritten, davon unabhängigen Methode untermauert, der IINS. Die niederfrequente Schwingungszustandsdichte von AEROSIL® Typen ist deutlich verschieden von der kristallinen Silica und charakteristisch für amorphe Festkörper [8, 9, 10, 11, 15,].

Die Infrarotspektroskopie (IR, siehe Kapitel 3.5.2.2) liefert detaillierte schwingungsspektroskopische Aussagen zu den O-H Valenzschwingungen von Silica, die mit niedriger Amplitude erfolgen, stößt jedoch bei  $< 1400 \text{ cm}^{-1}$  aufgrund der intensiven Gitterabsorption der Strahlung an Grenzen. Die IINS liefert, komplementär zur IR, für diesen Bereich Informationen zu niederfrequenten Torsions- und Deformationsschwingungen von Silica und demonstriert als weitere, unabhängige Methode die Amorphizität von AEROSIL®.

Für eine numerisch exakte Beschreibung der AEROSIL® Primärteilchen und Aggregate sind statistische Auswertungen von TEM-Aufnahmen zur Bestimmung der mittleren Primärteilchengröße und Primärteilchengrößenverteilungen erforderlich. Je nach Polydispersität eines Systems und der entsprechend erforderlichen Präzision für eine Partikelgrößenverteilungskurve werden üblicherweise mit einem Teilchengrößenzählgerät (TGZ) ca. 2000–10000 Partikel ausgewertet. Als numerische Charakterisierungsgrößen werden u.a. angegeben: arithmetisches Mittel des Primärteilchendurchmessers (DN) und dessen Standardabweichung (S), die Oberfläche oder das Volumen gemittelter Partikeldurchmesser (DA, DV), errechnete spezifische TEM-Oberfläche (OEM), und die Medianwerte und 90%-Spannen der Anzahl- bzw. der Gewichtsverteilungen.

Für die Erfassung und Beschreibung der Aggregatparameter werden ebenfalls statistische Mittelwerte von 1000–10000 Aggregaten bestimmt (Aggregatgrößenbestimmung, AGB).

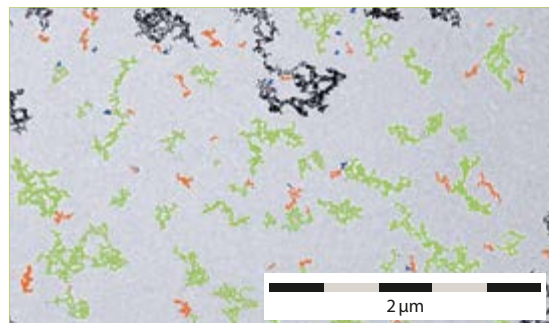


Abbildung 41: Aggregatgrößenbestimmung und digitale Aggregatklassifizierungsanalyse an AEROSIL® 200 (die Probe wurde zuvor in einem Isopropanol-Wasser-Gemisch mit Ultraschall dispergiert und auf das TEM-Grid aufgetragen)

Tabelle 7

Probe		AEROSIL® 200
<b>Teilchengrößenbestimmung (TGZ)</b>		
Primärteilchendurchmesser (DN)*		12 nm
Über die spezifische Oberfläche errechneter mittlerer Primärpartikeldurchmesser (DA)		14 nm
Errechnete spezifische TEM-Oberfläche (OEM)		220 m <sup>2</sup> /g
<b>Aggregatgrößenbestimmung (AGB)</b>		
Mittlere projizierte Aggregatfläche (area)		11675 nm <sup>2</sup>
Umfang (circumference)		1386 nm
Konvexer Umfang (convex circumference)		521 nm
Minimaler Aggregat-Durchmesser (minimum diameter)		117 nm
Maximaler Aggregat-Durchmesser (maximum diameter)		198 nm
Leerflächenanteil (void area)		28 %
Verzweigungsgrad (degree of branching)		9,5
Anzahl an Primärstrukturen/Aggregat (number of primary particles/aggregate)		436
<b>Ergebnisse der Klassifizierungsanalyse</b>		
Klassenprozentage	sphärisch	0,88
	ellipsoid	13,2
	linear	38,6
	verzweigt	47,4
Gewichtsprozentage	sphärisch	0,03
	ellipsoid	0,72
	linear	8,6
	verzweigt	90,7

Auswahl einiger Parameter aus der Teilchengrößenbestimmung (TGZ) und Aggregatgrößenbestimmung (AGB). Mittelwert über 2000 Aggregate. (die Probe wurde zuvor in einem Isopropanol-Wasser-Gemisch mit Ultraschall dispergiert und auf das TEM-Grid aufgetragen). Die Daten sind Richtwerte (keine Spezifikationen).

\*Primärteilchen liegen nicht isoliert vor, sondern sind miteinander verwachsen in sogenannten Aggregaten.

Hierzu gehören u.a. Kenngrößen wie die mittlere projizierte Aggregatfläche (area), der Aggregatumfang und der konvexe Umfang, minimale und maximale Aggregatdurchmesser bzw. Feret-Durchmesser, der Durchmesser des flächengleichen Kreises (ECD), der Leerflächenanteil, der Verzweigungsgrad, die Anzahl der Primärstrukturen pro Aggregat.

Zudem können Aggregate verschiedener Größen durch Klassifizierungsanalysen gemäß Eigenschaften wie „verzweigt, ellipsoid, linear, sphärisch“ in Unterklassen aufgeteilt und mit statistischen Methoden beschrieben werden.

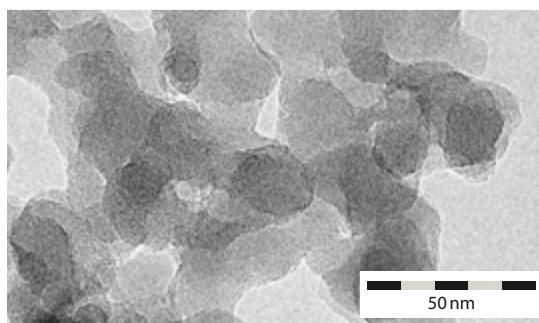


Abbildung 41a: Teilausschnitt aus einem Aggregat welches aus über 400 zusammengewachsenen Primärstrukturen besteht

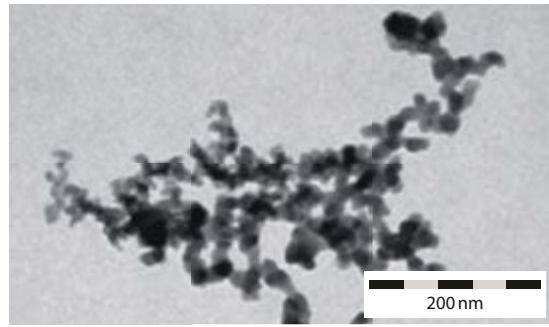
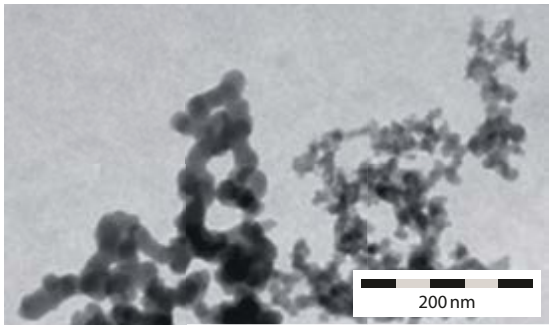


Abbildung 42: TEM-Aufnahmen von AEROSIL® 130 und dem hydrophobierten Produkt R 972

AEROSIL® 130

AEROSIL® R 972

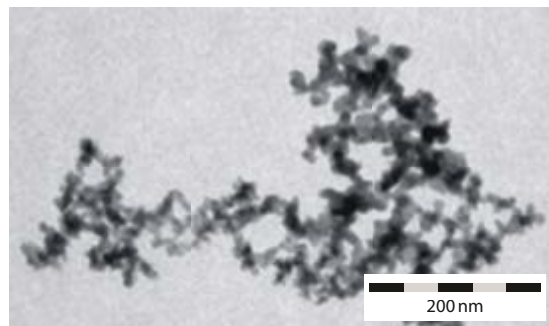
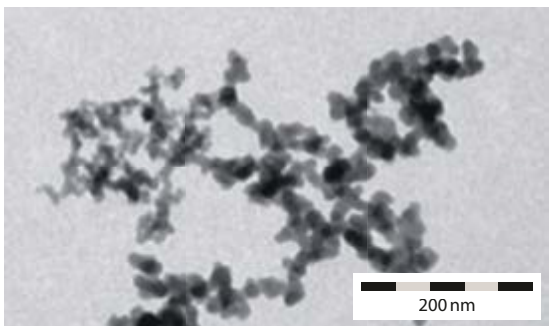


Abbildung 43: TEM-Aufnahmen von AEROSIL® 200 und dem hydrophobierten Produkt R 974

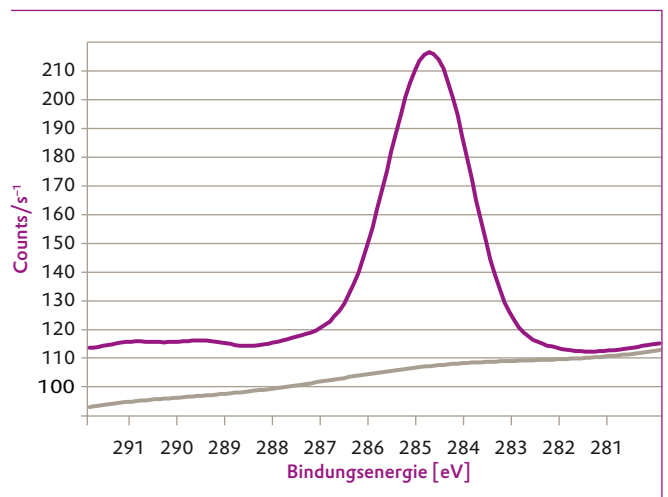
AEROSIL® 200

AEROSIL® R 974

TEM-Aufnahmen hydrophobierter AEROSIL® Typen wie AEROSIL® R 972 oder AEROSIL® R 974 zeigen, dass durch die hydrophobierende Ausrüstung von AEROSIL® Oberflächen die Separation der Aggregate, d.h. das Deagglomerationsverhalten bei der Herstellung geeigneter TEM-Präparate für die Bestimmung der spezifischen Aggregatparameter erheblich verbessert werden.

Statistische Auswertungen zur mittleren Primärteilchengröße (DN) zeigen weiterhin, dass mittels TEM keine Veränderungen der Primärteilchengröße oder der Aggregatparameter gemessen werden. Bei Versuchen zur Darstellung oder gar zur Dickenbestimmung einer, wie sich zeigt, molekular-dünnen Hydrophobierungsschicht, stößt auch das Auflösungsvermögen der HR-TEM an seine Grenzen.

Abbildung 44



XPS C1s-XPS Signal des Kohlenstoffs vor (grau) und nach (purple) Umsetzung einer AEROSIL® Oberfläche mit einem organischen Hydrophobierungsmittel

Es sind daher oberflächenspezifische Methoden erforderlich, um für den Bereich der obersten Atomlagen den Bedeckungsgrad von AEROSIL® Typen mit organischen Hydrophobierungsmitteln zu erfassen. Hierzu wird die Röntgen-Photoelektronenspektrometrie (XPS/ESCA) eingesetzt, welche Konzentrationswerte zur Bedeckung von Si und O mit aliphatischem Kohlenstoff liefert, und auch Elemente wie Stickstoff spektroskopisch sicher detektiert.

### 3.2.3 Spezifische Oberfläche

Bisher wurde gezeigt, wie sich die Primärteilchengröße und Struktur der AEROSIL® Partikel aus den elektronenmikroskopischen Aufnahmen ableiten lassen. Bei den AEROSIL® Typen lässt sich nach zwei völlig voneinander unabhängigen Methoden der Zusammenhang zwischen Primärteilchengröße und der spezifischen Oberfläche bestimmen. Dabei führen beide Methoden zum gleichen Ergebnis.



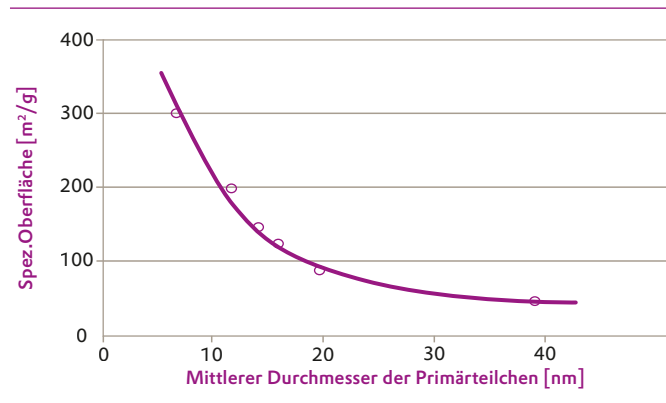
Abbildung 45:  
AEROSIL® 200 (30 g) hat die gleiche Oberfläche wie ein Fußballfeld

#### 3.2.3.1 Geometrische Bestimmung der spezifischen Oberfläche

Der fundamentale Zusammenhang zwischen der Primärteilchengröße und der spezifischen Oberfläche lässt sich aus den TEM-Aufnahmen (Kapitel 3.2.2) quantitativ ableiten. Bei dieser Bestimmungsmethode wurden mit einem ZEISS-Teilchengrößen-Zählgerät TGZ 3 nach ENDTER und GEBAUER mehrere Tausend Teilchen ausgezählt und die spezifische Oberfläche errechnet.

Abbildung 46 zeigt, wie bei abnehmendem Teilchendurchmesser die spezifische Oberfläche stark anwächst. 30 g AEROSIL® 200 haben z.B. die gleiche Oberfläche wie ein Fußballplatz (Abbildung 45). Folgendes Gedankenexperiment soll auf die Bedeutung der Feinteiligkeit hinweisen:

Abbildung 46



Spezifische Oberfläche in Abhängigkeit vom mittleren AEROSIL® Primärteilchendurchmesser

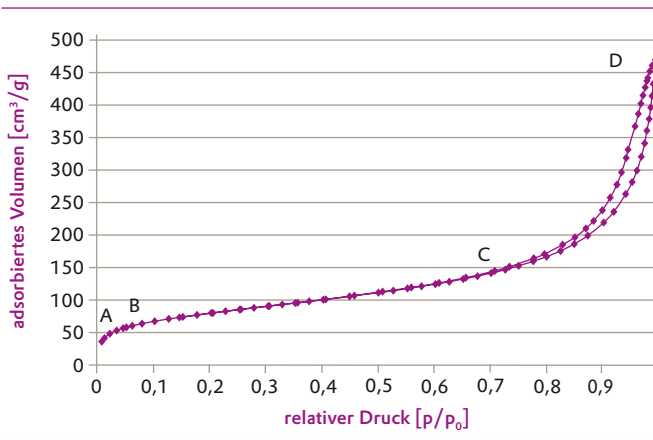
Schneidet man einen Würfel durch Halbierung aller Kantenlängen in 8 gleiche Würfel, so bleibt natürlich die Masse konstant; die Oberfläche eines einzelnen kleinen Würfels ist kleiner, die Oberflächensumme der 8 kleinen Würfel ist aber doppelt so groß wie die Oberfläche des großen Würfels. Dieser Vorgang kann gedanklich beliebig oft wiederholt werden. Die Oberfläche eines einzelnen AEROSIL® Primärteilchens ist sehr klein; andererseits ist die spezifische Oberfläche sehr hoch, da die Teilchenzahl sehr groß ist. Könnte man die Primärteilchen von 1 g AEROSIL® 200 zu einer Kette aneinanderreihen, so ergäbe dies eine Länge, die 17-mal der Entfernung von der Erde zum Mond entspricht!

#### 3.2.3.2 Bestimmung der spezifischen Oberfläche und Porenverteilung durch Gasadsorption

Die am weitesten verbreiteten und zuverlässigsten Methoden zur Bestimmung der spezifischen Oberfläche und Porenverteilungen von hochdispersen Feststoffen erfolgt über die Adsorption von Gasen aufgrund physikalischer Wechselwirkungen.



Abbildung 47



Sorptionisotherme von N<sub>2</sub> auf AEROSIL® 300 bei 77 K

Bei niedrigen Drücken (A) werden zunächst aktive Adsorptionsplätze belegt (z.B. Mikroporen [Poren < 2 nm], da dort verstärkte Wechselwirkungskräfte aufgrund überlappender Adsorptionspotentiale auf die Gasmoleküle wirken). Bei (B) liegt theoretisch eine monomolekulare Adsorbatschicht auf der Oberfläche vor, die zur Ermittlung der spezifischen Oberfläche genutzt wird. Mit steigendem Druck bilden sich weitere Adsorbatschichten (B–C) aus, die eine Bestimmung der fraktalen Dimension zur Charakterisierung der Oberflächenrauigkeit gestatten. Mit Annäherung an den Sättigungsdruck (D) füllen sich aufgrund von Kapillarkräften zunehmend größere Poren (Mesoporen) mit Kondensat, die Desorptionskurve weist dann eine Hysterese auf (D–C).

Die äußere und bei porösen Stoffen zugängliche innere Oberfläche wird nach der BET-Methode (nach Brunauer, Emmett und Teller) bestimmt. Das Verfahren ist in in Quelle 16 beschrieben. Für AEROSIL® wird in der Regel N<sub>2</sub> als Messgas verwendet und bei 77 K adsorbiert. Eine zu bevorzugende Alternative stellt die Adsorption von Ar bei 87 K dar, da N<sub>2</sub>-Moleküle mit den Silanolgruppen an der SiO<sub>2</sub>-

Oberfläche in spezifische Wechselwirkung treten und sich dort senkrecht zur Oberfläche orientieren, wodurch der spezifische Flächenbedarf des Moleküls geringer ist als der zur Oberflächenberechnung empfohlene Wert (0,162 nm<sup>2</sup>).

Die BET- und die berechneten TEM-Oberflächen stimmen im Allgemeinen gut überein. AEROSIL® 380 bildet hier eine Ausnahme. Die Teilchen werden im Vergleich zu AEROSIL® 300 nicht feiner, sondern zeigen eine gewisse Oberflächenrauigkeit.

Mikroporenvolumen (Poren < 2 nm) und geometrische Oberfläche (äußere Oberfläche außerhalb der Mikroporen) werden aus den Adsorptionsdaten mittels Isothermenvergleichsverfahren (t-Plot-Methode nach [17]: Vergleich der gemessenen Adsorptionsisothermen mit einer Referenzisothermen eines unporösen Materials) bestimmt.

Die meisten AEROSIL® Typen, mit Ausnahme von AEROSIL® TT 600, und Fällungskieselsäuren besitzen keine signifikante Mikroporosität, anders als z.B. Kieselgele.

Eine weitere Charakterisierung der Oberflächenstruktur auf der Basis von Isothermendaten ist die Verteilung der Mesoporen im Bereich von 2 – 100 nm nach dem BJH-Verfahren (nach Barrett, Joyner, Halenda) gemäß [18].

Tabelle 8

AEROSIL®	spez. Oberfläche m <sup>2</sup> /g	Porenvolumen cm <sup>3</sup> /g (2–0 nm)
AEROSIL® OX 50	45	0,06
AEROSIL® 130	130	0,26
AEROSIL® 300	295	0,56

Korrelation des Messporenvolumens von pyrogenen Kieselsäuren mit der spez. Oberfläche

### 3.3 Spezielle physikalisch-chemische Daten

Für technische Belange sind folgende Größen oft relevant:

- spezifische Oberfläche in Anlehnung an [16]
- mittlere Größe der Primärteilchen
- Stampfdichte in Anlehnung an [19]
- Trocknungsverlust in Anlehnung an [20]
- Glühverlust in Anlehnung an [21]
- pH-Wert [22]
- Gehalt an Fremdoxiden
- Chloridgehalt
- Siebrückstand nach Mocker in Anlehnung an [23]

Während die entsprechenden analytischen Untersuchungsmethoden beschrieben werden, sind die physikalisch-chemischen Daten im Anhang dieser Publikation zusammengestellt.

Die hohe Temperaturbeständigkeit von hydrophilem AEROSIL® (bis 850 °C bei Dauerbelastung) ist zum Beispiel bei der Verwendung von AEROSIL® zur Wärmedämmung wichtig.

Die hydrophoben AEROSIL® Produkte weisen aufgrund ihres Kohlenstoffgehalts im Vergleich zum hydrophilen AEROSIL® eine geringere Temperaturstabilität auf (s. Tabelle 9). Allerdings werden beispielsweise an AEROSIL® R 972 bei einer Headspace-Analyse nach 2 Stunden bei 100 °C mit der Gaschromatographie/Massenspektrometrie-Kopplung keine Gehalte organischer Verbindungen oberhalb der gesetzlichen Grenzwerte gefunden.

**Tabelle 9**

Brechzahl	1,46
Löslichkeit in Wasser (pH 7,25 °C)	150 mg/l
spezifisches Gewicht <sup>1)</sup>	2,2 g/cm <sup>3</sup>
Wärmekapazität c <sub>p</sub> von AEROSIL® 200	<b>10 °C:</b> 0,79 J/g K <b>50 °C:</b> 0,85 J/g K
Benetzungswärme von Wasser an AEROSIL® 200	-150 · 10 <sup>-7</sup> J/m <sup>2</sup>
molarer Adsorptionskoeffizient für freie Silanolgruppen (3750 cm <sup>-1</sup> )	(4,4 ± 0,4) · 10 <sup>5</sup> cm <sup>2</sup> /mol
Temperaturbeständigkeit von hydrophilem AEROSIL®	850 °C
Zündtemperatur von hydrophobem AEROSIL® nach DIN 51794 <sup>2)</sup>	<b>AEROSIL® R 972:</b> 550 °C <b>AEROSIL® R 974:</b> 530 °C <b>AEROSIL® R 805:</b> 480 °C <b>AEROSIL® R 812:</b> 460 °C <b>AEROSIL® R 202:</b> 440 °C
Beständigkeit gegenüber Säuren gegenüber Ammoniak 5 % gegenüber Natronlauge 5 % gegenüber Oxidationsmittel gegenüber Reduktionsmittel	ausgezeichnet <sup>3)</sup> gering sehr gering ausgezeichnet ausgezeichnet

Spezielle physikalisch-chemische Daten von AEROSIL®

1) Dichte eines Preßlings, Luftvergleichspyknometer, Helium

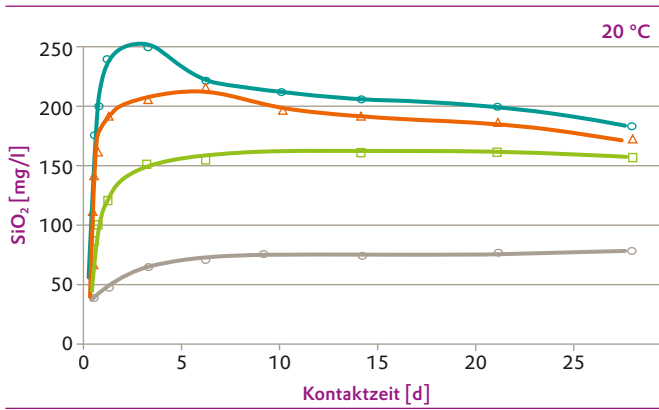
2) Hydrophiles AEROSIL® kann natürlich nicht zur Entzündung gebracht werden

3) mit Ausnahme von Fluorwasserstoffsäure

### 3.3.1 Wasserlöslichkeit

Obwohl Quarz bei Raumtemperatur in Wasser als praktisch unlöslich gilt, geht er bei Raumtemperatur und einem pH von 7 zu etwa 0,01 % in Lösung. Diese Aussage gilt im Gleichgewichtszustand auch für alle hydrophilen AEROSIL® Typen. Die Dynamik des Lösevorgangs unterscheidet sich jedoch sehr: während Quarz erst nach langen Kontaktzeiten den Gleichgewichtswert erreicht, bilden AEROSIL® Typen wegen ihrer Feinteiligkeit und ihres amorphen Charakters schnell übersättigte Lösungen.

Abbildung 48

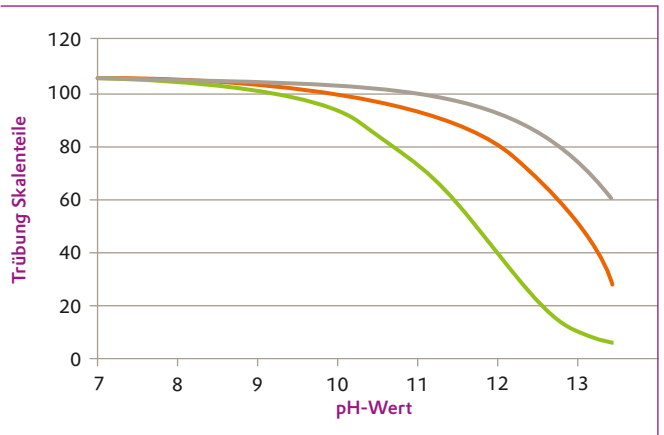


— AEROSIL® MOX 80      — AEROSIL® MOX 170  
 — AEROSIL® 200      — AEROSIL® 380

Löslichkeit verschiedener AEROSIL® Typen in Wasser bei 20 °C in Abhängigkeit von der Kontaktzeit

Abbildung 48 zeigt die Löslichkeit verschiedener AEROSIL® Typen in Wasser bei 20 °C. Mit steigender Alkalität schreitet bei AEROSIL® eine Silikatbildung rasch voran. Wie Abbildung 49 belegt, ist dieser Prozess bereits bei ca. pH 10 recht deutlich.

Abbildung 49



— 0,5 Stunden      — 2 Stunden      — 24 Stunden

Löslichkeit von AEROSIL® 200 in Natronlauge, Trübung nach verschiedenen Standzeiten, 1%ige wässrige Dispersion

Die Bestimmung der Löslichkeit erfolgt nach einem angepassten Verfahren zur OECD Richtlinie 105 mit der Kolbenmethode bei 37 °C mit anschließender Messung des Si-Gehaltes in Lösung mittels ICP-OES (inductively coupled plasma – optical emission spectrometry) bei Raumtemperatur. Die Probenahme erfolgt nach 72, 96 und 120 Stunden.

Folgende Löslichkeiten in Wasser wurden nach der OECD Richtlinie 105 festgestellt:

Hydrophobes AEROSIL® z. B. AEROSIL® R 972, AEROSIL® R 974, AEROSIL® R 812 S:  
 ≤ 0,05g/l – 0,1 g/l.

Beim hydrophilen AEROSIL® ist die Löslichkeit in Abhängigkeit von der Oberfläche zunehmend im Bereich von 0,05g/l – 0,16 g/l.



### 3.3.2 Wärmeleitfähigkeit

AEROSIL® Produkte eignen sich aufgrund der Porenstrukturen und der geringen Dichte hervorragend zur Dämmung. Die Festkörperwärmeleitung wird durch die Verlängerung der Wege sowie durch die Grenzflächen der gerüstbildenden Aggregate und Agglomerate unterdrückt, während die Porenstruktur die Gasleitungsanteile des Wärmetransportes günstig beeinflusst. Schematisch wird dies in Abbildung 50 dargestellt.

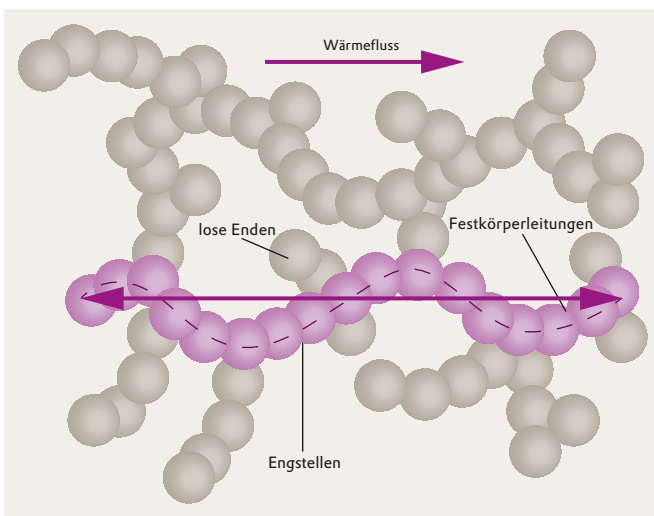
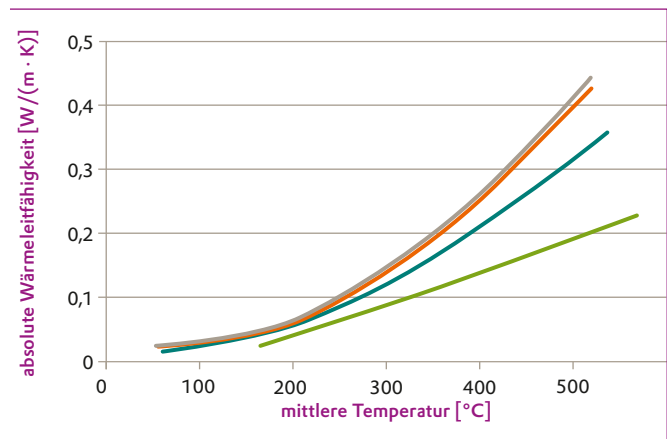


Abbildung 50: Wärmeleitung durch einen porösen Formkörper aus AEROSIL® schematisch dargestellt, vgl. auch Abbildung 41a [Quelle: ZAE Bayern: Bayerisches Zentrum für Angewandte Energieforschung]

Die absolute Wärmeleitfähigkeit von einigen AEROSIL® Typen in Abhängigkeit der mittleren Temperatur des Wärmeübergangs ist in Abbildung 51 dargestellt.

Abbildung 51



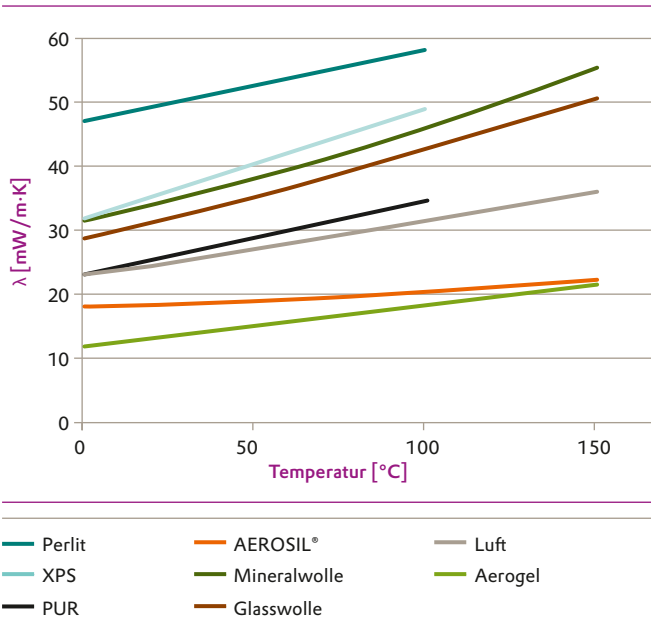
— AEROSIL® 300    — AEROSIL® 200  
— AEROSIL® 130    — AEROSIL® OX 50

Absolute Wärmeleitfähigkeit einiger AEROSIL® Typen, Preßdichte 200 g/l

Durch den Zusatz von Infrarot-Trübungsmitteln wie z.B. geeigneten Carbon Black-, Siliciumcarbid-, Rutil- oder Magnetitpulvern zu der Kieselsäure kann der Strahlungsanteil der Wärmeleitung weiter unterdrückt und dadurch eine weitere Herabsetzung der Wärmeleitung erreicht werden.

Typische Wärmeleitfähigkeiten von handelsüblichen Hochleistungsdämmmaterialien sind in Abbildung 52 dargestellt. Während viele Dämmstoffe mit der Temperatur an Wärmeleitfähigkeit deutlich zunehmen, ist die Leitfähigkeitszunahme einer optimierten Wärmedämmmischung mit AEROSIL® moderat.

Abbildung 52



Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitung einiger Dämmstoffe

Die exzellente Dämmeigenschaft und die hohe Temperaturbeständigkeit der Kieselsäure-basierten Dämmungen empfehlen besonders den Einsatz bei höheren Temperaturen.

### 3.3.3 NMR-Spektroskopie

Silicium besteht zu 4,9% aus dem NMR-aktiven Isotop  $^{29}\text{Si}$ . Mit Hilfe der  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektroskopie (NMR = Nuclear Magnetic Resonance) kann hydrophiles AEROSIL® und vor allem nachbehandeltes, hydrophobes AEROSIL® untersucht und charakterisiert werden. Da sich AEROSIL® nicht in einem Lösungsmittel auflösen lässt, werden spezielle Festkörper-NMR-Techniken (MAS = Magic Angle Spinning, CPMAS = Cross Polarization Magic Angle Spinning) zur Spektrenaufnahme eingesetzt [25]. Anhand der charakteristischen Lage der Signale im Spektrum können dann beispielsweise Methyl-, Dimethyl und Trimethylsilylgruppen voneinander unterschieden werden. In der Nomenklatur werden M-, D-, T- und Q-Gruppen beschrieben (Abb. 53). In Tabelle 10 sind die typischen Signallagen (chemischen Verschiebungen) dieser Gruppen zusammengefasst. Die Abbildungen 54–56 zeigen  $^{29}\text{Si}$  NMR-Spektren unterschiedlicher AEROSIL® Typen.

Ob eine Bindung zwischen Reagenz, wie z.B. einem Hydrophobierungsmittel, mit der AEROSIL® Oberfläche erfolgt, kann mit Hilfe der NMR-Spektroskopie gezeigt werden. Dabei nimmt die Signalintensität des Hydrophobierungsmittels zu und die Signalintensität freier Silanolgruppen (Q2 -, Q3 - Gruppen) ab.

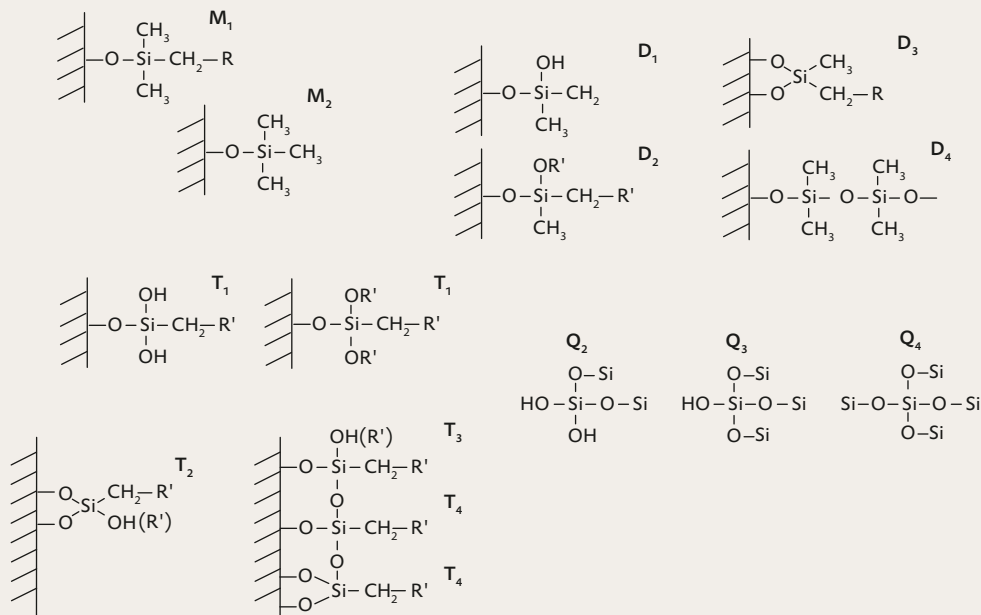


Abbildung 53; Schematische Darstellung der unterschiedlichen molekularen Strukturelemente, die mit Hilfe der  $^{29}\text{Si}$  NMR Spektroskopie unterschieden werden können (R, R' = Alkyl oder funktionaler Rest) [24]

Tabelle 10

Strukturelement	$\delta^{29\text{Si}}$ [ppm]
M <sub>2</sub>	8
D <sub>1</sub>	-4
D <sub>2</sub>	-7
D <sub>3</sub>	-10
D <sub>4</sub> -D <sub>4</sub> '	-14 bis -21
T <sub>1</sub>	-46
T <sub>1</sub> '	-50
T <sub>2</sub>	-56
T <sub>3</sub> +T <sub>3</sub> '	-59
T <sub>4</sub> +T <sub>4</sub> '	-64 bis -70
Q <sub>2</sub>	-91
Q <sub>3</sub>	-101
Q <sub>4</sub>	-110

Liste der Silansignale (chemische Verschiebungen) der <sup>29</sup>Si-Kerne verschiedener Strukturelemente (Zuordnung siehe Abbildung 53) relativ zu OMCT (Octamethylcyclotetrasiloxan = -20 ppm) [25–28]

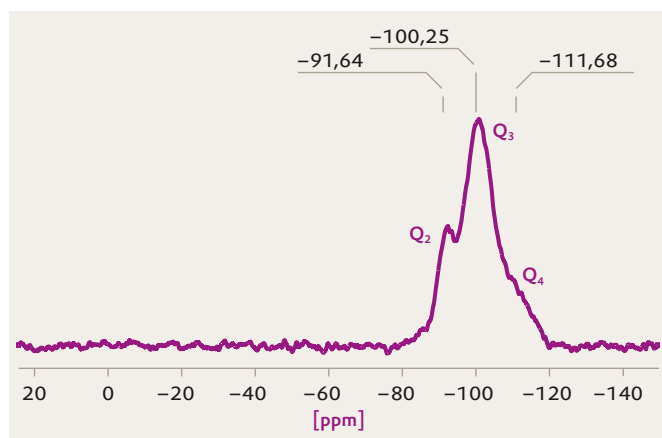


Abbildung 54: <sup>29</sup>Si-Festkörper-NMR-Spektrum (CPMAS) von AEROSIL® 200. Im Spektrum sind die unterschiedlichen Q-Gruppen mit unterschiedlichen Silanolgruppen erkennbar (siehe Kapitel 3.3.3)

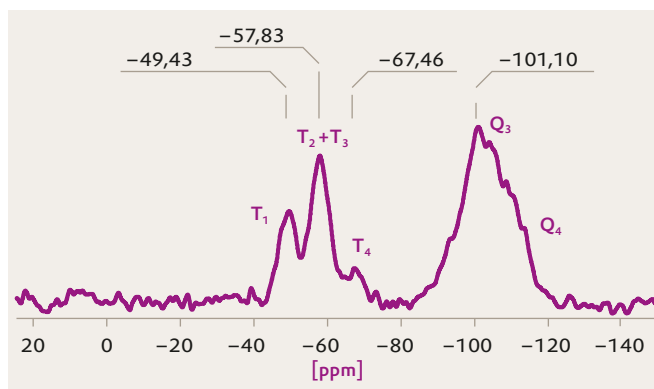


Abbildung 55: <sup>29</sup>Si-Festkörper-NMR-Spektrum (CPMAS) von AEROSIL® R 805. Neben den Q-Gruppen treten unterschiedliche T-Gruppen des Octyltrialkoxo-Restes auf

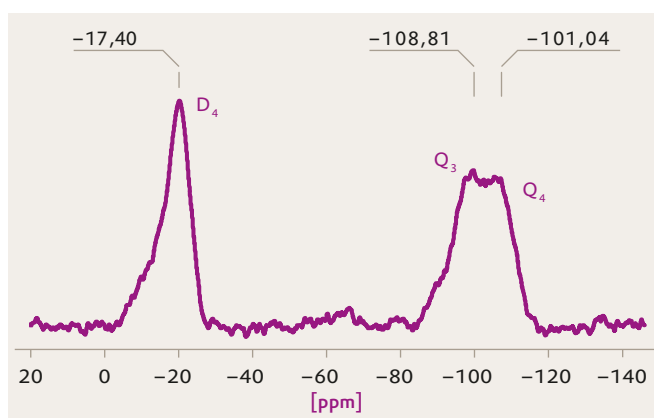


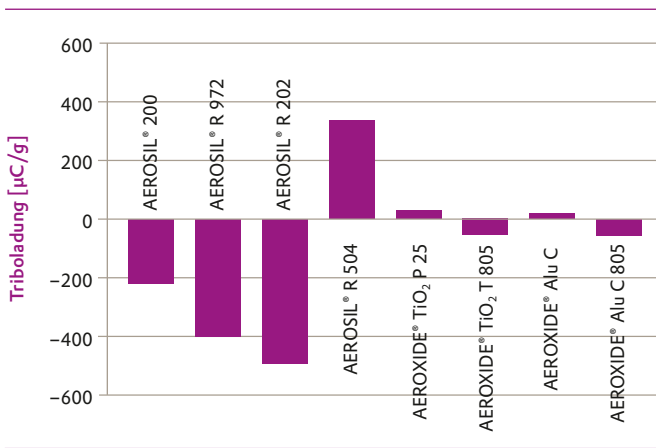
Abbildung 56: <sup>29</sup>Si-Festkörper-NMR-Spektrum (CPMAS) von AEROSIL® R 972, einem AEROSIL®, das mit DDS (Dimethyldichlorsilan) umgesetzt wurde. Neben den Q-Gruppen treten bevorzugt D4-Gruppen für (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>-Fragmente auf, die zeigen, dass das DDS zu großen Teilen an der Oberfläche reagiert hat

### 3.3.4 Triboelektrizität

Für einige Anwendungen, z.B. bei Tonern, sind triboelektrische Eigenschaften von Bedeutung. In Abbildung 57 sind die spezifischen Ladungswerte ( $q/m$ -Werte, Ladungs-Masse-Verhältnisse) von einigen ausgewählten Produkten gegenübergestellt.

Wie das Schaubild zeigt, kann Hydrophobierung die Triboelektrizität der Teilchen zu negativen Werten verschieben und verstärken. Zudem kann durch entsprechende chemische Nachbehandlung positiv aufladbares Pulver hergestellt werden.

Abbildung 57



Spezifische Messung der Triboladung [ $\mu\text{C/g}$ ] an pyrogenen Oxiden, gemessen nach Evonik-interner Methode mit unbeschichtetem Ferritträger

### 3.3.5 Brechzahl

Die Brechzahlen der einzelnen AEROSIL® Typen unterscheiden sich nur unwesentlich und liegen bei ca. 1,46. Sie werden nach der Immersionsmethode bestimmt. Dabei werden die AEROSIL® Proben in einer geeigneten Flüssigkeit (z.B. Mischung aus Limonen und Ethanol) suspendiert. Es wird eine Trübungs-Temperaturkurve ermittelt. Die Brechzahl des AEROSIL® Typs entspricht der Brechzahl der Flüssigkeit im Trübungsminimum. Da die Brechzahl der Flüssigkeit bei der Temperatur des Trübungsminimums bekannt ist, ist auch die Brechzahl des AEROSIL® Typs bekannt.

### 3.3.6 Dichte

Dichte ist der Quotient aus Masse und Volumen. Bei einem porösen Stoff oder einer Partikelschüttung setzt sich das Volumen aus Feststoff- und Porenvolumen zusammen. Die Definitionen der Dichte variieren, je nachdem welche Volumenanteile berücksichtigt, bzw. welche Poren dem Feststoffvolumen zugerechnet werden. Entsprechend groß ist die Vielfalt der analytischen Methoden und der Begriffe: z.B. Schüttdichte, Stampfdichte, scheinbare Dichte, Rohdichte, absolute Dichte, Feststoffdichte, Gerüstichte, wahre Dichte, Heliumdichte, u.v.m.

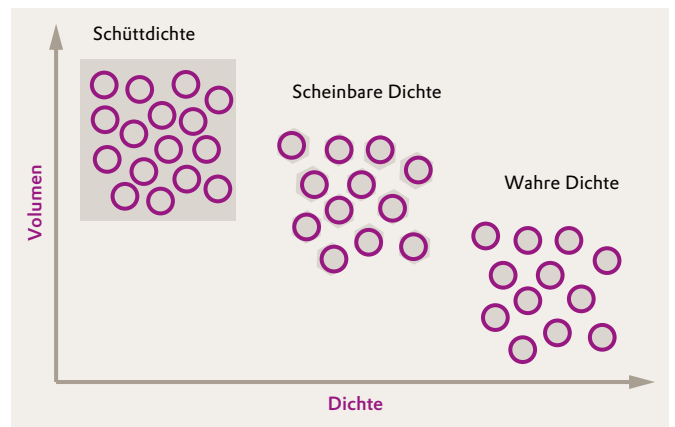


Abbildung 58: Volumen und Dichte von Feststoffen

### Feststoffdichte

Zur Bestimmung der Dichte eines Feststoffs beliebiger Form ohne Einbeziehung der offenen Poren in das betrachtete Volumen („wahre Dichte“) werden hauptsächlich pyknometrische Verfahren eingesetzt, bei denen das Poren- bzw. Partikelzwischenraumvolumen mit Hilfe einer Verdrängungsflüssigkeit oder eines Gases bestimmt wird.

Als Verdrängungsflüssigkeiten können Quecksilber unter Druck, Wasser oder höher siedende organische Flüssigkeiten verwendet werden. Zur Füllung der Poren werden die Proben zuvor evakuiert bzw. die Luft wird durch Zentrifugation entfernt. Abhängig von den Benetzungseigenschaften und der Molekülgröße der Flüssigkeit werden kleinste Poren jedoch möglicherweise nicht gefüllt.

Die Verwendung von Gasen, insbesondere Helium, stellt die Füllung der zugänglichen Poren sicher. Geschlossene Poren oder die Ad- bzw. Absorption des Messgases am bzw. im Feststoff können die Messung verfälschen. Gaspyknometrische Messungen sind im Vergleich zu pyknometrischen Messungen in Flüssigkeit einfach durchzuführen.

Im Gaspyknometer (Abbildung 59) wird das Volumen der Prüfsubstanz aufgrund der Druckänderung eines Inertgases (Helium) in einer Zelle mit veränderbarem Volumen gemessen. Die Volumenänderung kann durch Öffnen eines Ventils zu einer zweiten Kammer erfolgen. Alle Zellenvolumina werden durch Kalibrierung mit einem Kalibrierkörper ermittelt. Die Prüfsubstanz wird vor der Messung getrocknet und durch mehrfaches Spülen mit dem Messgas in der Messkammer von weiteren Verunreinigungen (z.B. eingeschlossene Luft) befreit. Zur Berechnung der Dichte wird vor oder nach der Volumenmessung eine Wägung durchgeführt. Das Verfahren ist in [29] DIN 66137-2 bzw. EP 2.9.23 beschrieben.

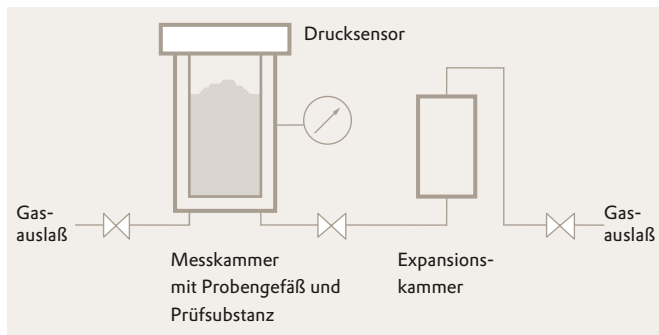


Abbildung 59: Heliumpyknometer

Typische Werte für Feststoffdichten von AEROSIL®, die im Heliumpyknometer ermittelt wurden, liegen bei  $2,2 \text{ g/cm}^3$

### Schüttdichte

Die Schüttdichte ist eine anwendungstechnische Kenngröße für Kieselsäuren. Die Probe wird locker in einen 250 ml Messzylinder bis zur oberen Markierung eingefüllt, wobei das Absitzen abgewartet werden muss, und gewogen. Eine Verdichtung durch Klopfen sollte nicht erfolgen.

### Stampfdichte und Stampfvolumen

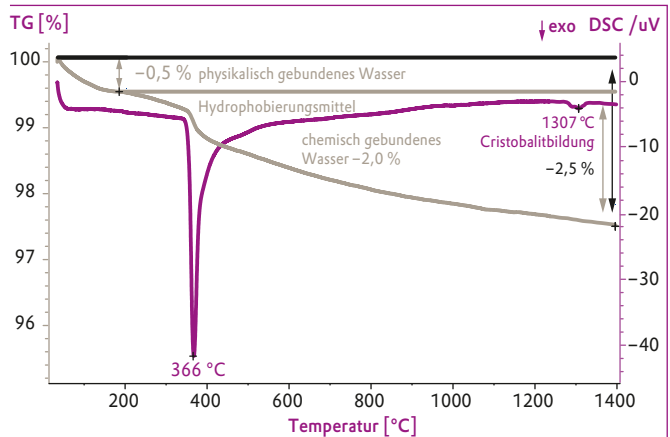
Die Stampfdichte bzw. das Stampfvolumen ist eine wichtige Spezifikationsgröße von Kieselsäuren. Sie liefert reproduzierbarere Werte als die Schüttdichte und wird im Stampfvolumeter bestimmt. Ca. 200 ml Probe werden in einen Messzylinder eingefüllt, der dann innerhalb von 5 min 1250 mal von einer Nockenwelle um 3 mm angehoben und fallen gelassen wird.

Die Stampfdichten von hydrophilem und hydrophobem AEROSIL® betragen ca. 50–60 g/l. AEROSIL® OX 50 weist aufgrund seiner geringen Struktur einen Wert von ca. 130 g/l auf. Durch Verdichtung kann die Stampfdichte auf ca. 120 g/l (hydrophiles AEROSIL®) bzw. ca. 90 g/l (hydrophobes AEROSIL®) angehoben werden.

### 3.3.7 Thermische Stabilität

Die Simultanthermoanalyse (STA = Thermogravimetrie TG mit gleichzeitiger Differentialkalorimetrie DSC) ermöglicht einen Überblick über die Vorgänge während des Aufheizens.

Abbildung 60



— TG (820) — DSC (020)

STA-Diagramm eines hydrophoben AEROSIL®, Messung unter Luft

Die TG-Kurve zeigt zunächst die Abgabe von physikalisch gebundenem Wasser (Feuchtigkeit). Je nach AEROSIL® Typ setzt ab ca. 300 °C das Abbrennen der Additive ein (z.B. Hydrophobierungsmittel), verbunden mit einer starken exothermen Reaktion.

Die Emission des chemisch gebundenen Wassers (Silanolgruppenkondensation) erfolgt bei höheren Temperaturen und erstreckt sich über einen weiten Bereich.

Schließlich wird um 1300 °C in der DSC-Kurve die exotherme Cristobalbildung aufgezeichnet.

Beim Abkühlen geht diese kubische Hochtemperaturform des Cristobalits durch eine exotherme, displazive (Verschiebung der Atomlagen, Veränderung des Si-O-Si-Bindungswinkels) Umwandlung bei ca. 250 °C in die tetragonale Tieftemperaturform über. Dieser reversible Phasenwechsel erscheint beim zweiten Aufheizen als endothermer Peak im ähnlichen Temperaturbereich.

Beim Vergleich mit gefällten Kieselsäuren fällt auf, dass sich die Kristallisationstemperatur, Kristallisationswärme und Kristallisationsgeschwindigkeit bei Fällungskieselsäuren und AEROSIL® deutlich unterscheiden. Gefällte Kieselsäuren kristallisieren in einem engeren Temperaturbereich (scharfer, exothermer DSC-Peak) schon ab ca. 1000 °C.

Die Emissionsgasthermoanalyse TG/MS/FTIR (Thermogravimetrie gekoppelt mit Massenspektrometrie und Infrarotspektroskopie) liefert noch zusätzliche Informationen über die Zusammensetzung der beim Aufheizen freiwerdenden Gase sowie deren Zuordnung zur Temperatur (Emissionsverläufe).

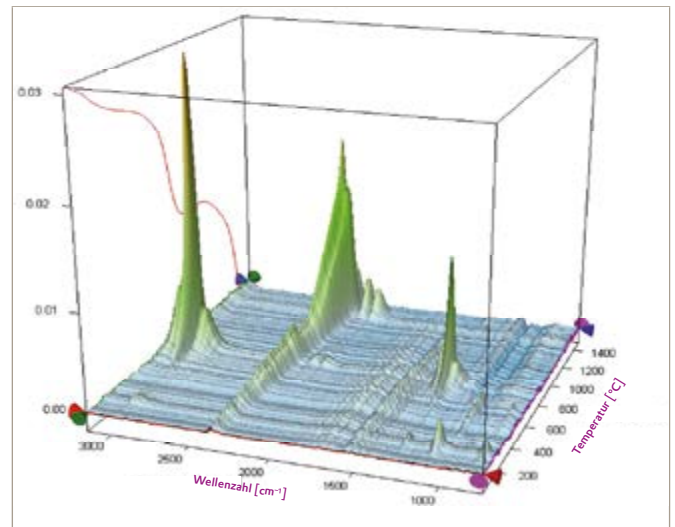


Abbildung 61: 3D-Darstellung der IR-Spektren mit eingezeichneter TG-Kurve von AEROSIL® R 104, Messung unter Helium

Abbildung 61 zeigt dies exemplarisch für ein oberflächenmodifiziertes AEROSIL®. Zu Beginn des Aufheizens setzt die Wasserabgabe ein, die sich bis ca. 1300 °C mit unterschiedlicher Intensität fortsetzt. Ab ca. 100 °C wird die Emission von verschiedenen organischen Substanzen registriert, z.B. Octamethylcyclotetrasiloxan mit Emissionsmaximum bei 190 °C und Hexamethylcyclotrisiloxan bei ca. 570 °C. Die intensive Methanemission erfolgt während einer 2. Gewichtsverluststufe mit Maximum bei 750 °C.

Kohlendioxid und Kohlenmonoxid entstehen hauptsächlich während einer 3. Zersetzungsstufe bei ca. 1360 °C und mit geringerer Intensität auch um 760 °C.

### 3.4 Oberflächenchemie

Neben der Teilchenfeinheit stellt die hohe spezifische Oberfläche die wichtigste Eigenschaft von AEROSIL® dar. Letztere ist – wie bereits aufgeführt – von der mittleren Größe der Primärteilchen abhängig. Da die Oberfläche bei den AEROSIL® Typen im Verhältnis zur Masse groß ist, spielt die Oberflächenchemie eine bedeutende Rolle und bestimmt viele anwendungstechnische Eigenschaften.

#### 3.4.1 Zwei funktionelle Gruppen bestimmen die Chemie

Im Wesentlichen lassen sich bei AEROSIL® zwei funktionelle Gruppen, nämlich die Silanolgruppen und die Siloxangruppen, wie in Abbildung 62 dargestellt, unterscheiden.

Den Silanolgruppen ist ein hydrophiler Charakter zuzuschreiben, d.h. diese Gruppen sind „wasserliebend“ und dafür verantwortlich, dass hydrophiles AEROSIL® von Wasser leicht benetzt wird. Ferner ist die Möglichkeit der Herstellung hydrophober AEROSIL® Typen auf die chemische Reaktionsfähigkeit der Silanolgruppen zurückzuführen.

Chemisch weitgehend inert (d.h. reaktionsträge) sind hingegen die Siloxangruppen, denen außerdem ein hydrophobes, d.h. wasserabstoßendes, Verhalten zukommt. Allerdings überwiegt bei den nicht nachbehandelten AEROSIL® Typen die Hydrophilie der Silanolgruppen. Basierend auf diesen zwei funktionellen Gruppen baut sich eine recht komplexe Reaktionschemie auf. Dies liegt auch darin begründet, dass man zudem zwischen folgenden Gruppen unterscheiden muss:

- isolierte Silanolgruppen
- verbrückte Silanolgruppen
- geminale Silanolgruppen
- vicinale Silanolgruppen
- (gespannte) Siloxangruppen

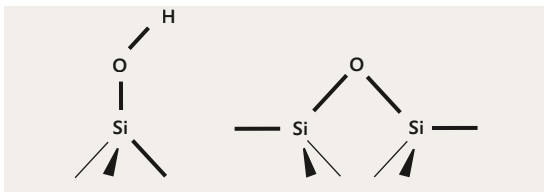


Abbildung 62: Silanol- (links) und Siloxangruppen (rechts)

Auf die einzelnen Gruppen, die in Abbildung 63 zusammengestellt sind, wird im Folgenden näher eingegangen.

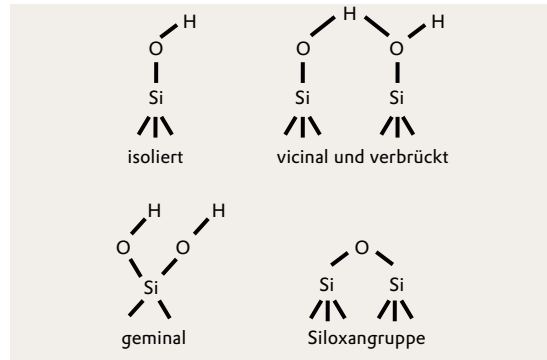


Abbildung 63: SiO<sub>2</sub>-Oberflächengruppen

Zunächst wird aber die Bestimmung der Silanolgruppen beschrieben, da dieser Gruppe, wie erwähnt, eine besondere Bedeutung zukommt.

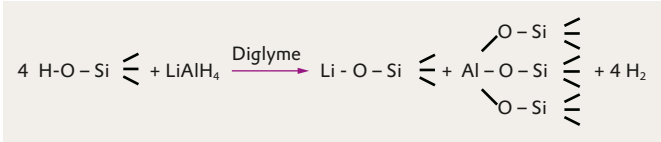
#### 3.4.2 Bestimmung der Silanolgruppen-Konzentration

Aufgrund der Reaktionsfähigkeit der Silanolgruppen können diese durch verschiedene Methoden quantitativ bestimmt werden. In der Literatur werden folgende Wege zur Ermittlung der SiOH-Konzentration beschrieben:

- Glühen von getrocknetem AEROSIL®
- Chlorierung von  $\equiv \text{SiOH}$
- Umsetzung von  $\equiv \text{SiOH}$  mit Phenyllithium
- Diazomethan und Alkylmagnesiumhalogeniden
- Umsetzung von  $\equiv \text{SiOH}$  mit  $\text{B}_2\text{H}_6$
- Umsetzung von  $\equiv \text{SiOH}$  mit  $\text{LiAlH}_4$
- Infrarotspektroskopie

### 3.4.2.1 Die Lithiumalanat-Methode

Eine der genauesten und einfachsten Methoden zur quantitativen Bestimmung der SiOH-Konzentration an der AEROSIL® Oberfläche ist die Umsetzung von getrocknetem AEROSIL® mit LiAlH<sub>4</sub> entsprechend der Gleichung

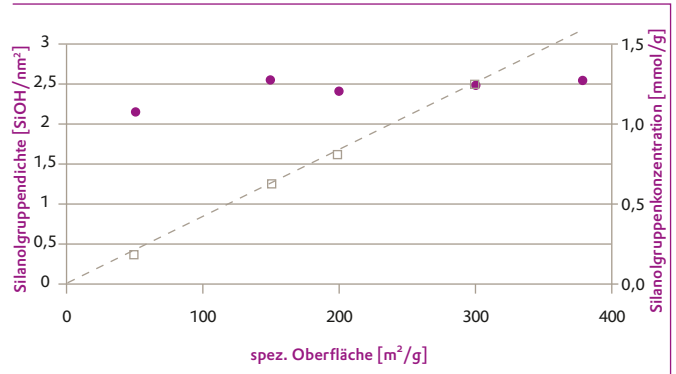


Bei dieser Methode wird durch Druckmessung die gebildete Wasserstoffmenge und so letztlich die Silanolgruppendichte ermittelt. Da das Hydridion als angreifendes Agens sehr klein und hochreaktiv ist, werden alle oberflächenständigen – auch die verbrückten – Silanolgruppen erfaßt. Dies ist auch im Einklang mit der Bestimmung der Restsilanolgruppendichte von hydrophobem AEROSIL®, das nach IR-spektroskopischen Befunden praktisch keine freien Silanolgruppen mehr enthält.

Wie Abbildung 64 zeigt, ist die Silanolgruppendichte in erster Näherung unabhängig von der spezifischen Oberfläche. Bei gealtertem Material (Lagerzeit ab Produktion länger als 1 Woche, d.h. normale Ware) werden etwa 2,5 SiOH/nm<sup>2</sup> gemessen, nur bei AEROSIL® OX 50 findet man etwas geringere SiOH-Dichten (ca. 2,2 SiOH/nm<sup>2</sup>), was auf den Herstellungsprozeß zurückzuführen ist.

Die absolute Konzentration der Silanolgruppen steigt mit der spezifischen Oberfläche linear an. Daraus erklärt sich die hochoberflächigen AEROSIL® Typen (gute Dispergierbarkeit vorausgesetzt!).

Abbildung 64



Gesamtsilanolgruppenkonzentration von hydrophilem AEROSIL® nach der LiAlH<sub>4</sub>-Methode

### 3.4.2.2 Infrarot Spektroskopie

Neben der LiAlH<sub>4</sub>-Methode ist die Infrarot- bzw. IR-Spektroskopie sowohl bei der qualitativen als auch bei der quantitativen Bestimmung von Silanolgruppen im Labor von Bedeutung [30, 31, 32].

Die polare SiOH-Gruppe zeigt intensive Banden im IR-Spektrum. Die Bandenlage und Bandenform ist dabei davon abhängig, ob die Silanolgruppe isoliert vorliegt oder Wasserstoffbrückenbindungen zu anderen OH-Gruppen benachbarter SiOH-Gruppen ausgebildet werden. Charakteristische IR-Absorptionsbanden von AEROSIL® und modifiziertem AEROSIL® sind in Tabelle 11 zusammengefasst.

Tabelle 11

Strukturelement	cm <sup>-1</sup>
H <sub>2</sub> O	5200
SiOH (Kombinationsschwingung)	4550
SiOH (isoliert)	3750
SiOH (verbrückt) Protonenakzeptor	3715
SiOH Protonendonator	3510
SiOH (verbrückt)	3000 – 3500
-CH	2900 – 3000
-OD	2760

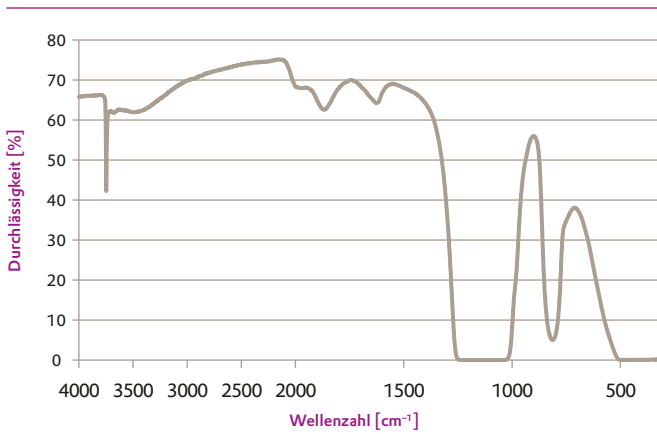
Liste charakteristischer IR-Banden von AEROSIL® und modifiziertem AEROSIL®



Für die Spektrenaufnahme wird das Probenmaterial in Form feiner Pulverschichten, als Pressling oder als Schüttung in einem Dispergiermittel präpariert. Quantitative Ergebnisse können dann entweder relativ im Vergleich zu einer Bezugsbande oder absolut mit Hilfe des Lambert-beersches Gesetzes bestimmt werden. Hierzu sind die Schichtdicke und die molaren Extinktionskoeffizienten der Silanolgruppen erforderlich. Für isolierte Silanolgruppen bei  $3750\text{ cm}^{-1}$  wurde zum Beispiel von Mathias und Wannemacher ein Wert von  $4,4 \cdot 10^5\text{ cm}^2/\text{mol}$  bestimmt [33].

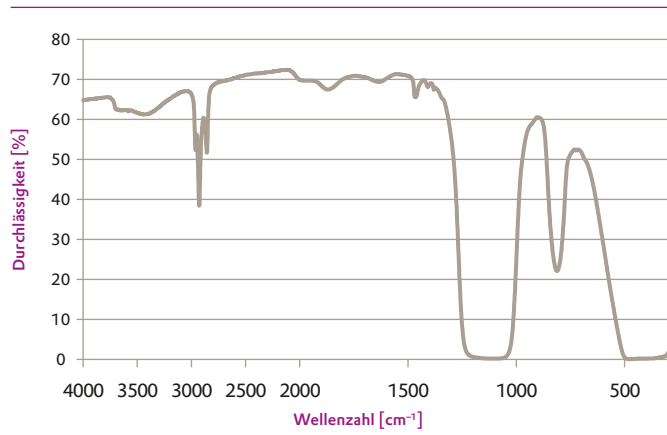
Die Austauschbarkeit und Zugänglichkeit von Silanolgruppen in Kieselsäure und AEROSIL® kann mit Hilfe von Deuterierungsexperimenten überprüft werden. Dabei wird die Probe mit  $\text{D}_2\text{O}$  behandelt und die Protonen der Silanolgruppe gegen Deuterium ausgetauscht (H-D-Austausch). Auf diese Art und Weise kann zum Beispiel der Anteil nicht zugänglicher Silanolgruppen ermittelt werden [34].

Abbildung 65



IR-Spektrum von AEROSIL® 150. Bei  $3750\text{ cm}^{-1}$  ist die scharfe SiOH Bande der isolierten Silanolgruppe gut erkennbar

Abbildung 66



IR-Spektrum von AEROSIL® R 805: Isolierte Silanolgruppen werden nicht mehr beobachtet. Dafür treten Alkylbanden des Hydrophobierungsmittels auf

### 3.4.3 Interpartikuläre Wechselwirkungen

Bei der Beschreibung der rheologischen Eigenschaften von AEROSIL® haltigen Dispersionen bzw. der Struktur von pulverförmigem AEROSIL® spielen die Wechselwirkungen zwischen den  $\text{SiO}_2$ -Teilchen untereinander bzw. mit der Dispersionsphase eine entscheidende Rolle. Diese Wechselwirkungen könnten folgende sein:

- VAN DER WAALS-Anziehungskräfte
- Elektrostatische Wechselwirkungen (COULOMB-Wechselwirkungen)
- Säure/Base-Wechselwirkungen
- Orbitalwechselwirkungen

#### 3.4.3.1 Wasserstoffbrückenbindung

Wasserstoffbrücken-Wechselwirkungen werden als eine Untergruppe der Säure-Base-Wechselwirkung angesehen. Nach einem Modell von E. R. Lippincott und R. Schröder wird die Wasserstoffbrückenbindung durch eine Überlagerung von protomeren Grenzstrukturen beschrieben. Nach Abbildung 68 besitzt das Proton innerhalb der Brückenbindung zwei stabile Lagen. Die Protonendelokalisierung über den Bereich der beiden Potentialmulden erfolgt mittels eines Tunnel effektes mit hoher Frequenz (vergleichbar mit der Ammoniak-Inversionschwingung).

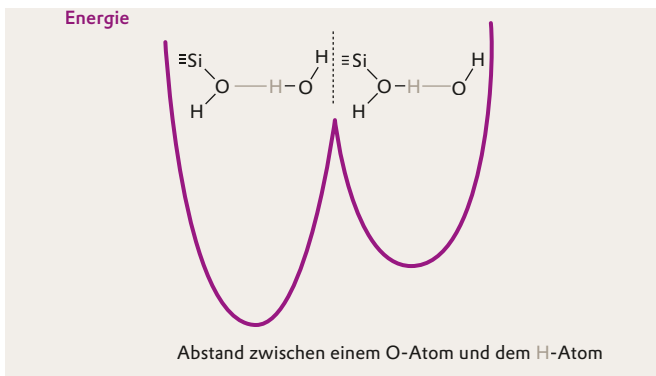


Abbildung 67: Doppeltes Potentialminimum der Wasserstoffbrückenbindung zwischen dem O-Atom einer Silanolgruppe und dem H-Atoms eines Wassermoleküls (schematisch, der O-O-Abstand ist konstant gehalten)

Die Energie der Wasserstoffbrückenbindung (4–40 kJ/mol) hängt vom Winkel OHO ab. Sie besitzt ein Minimum, wenn die drei Atome linear angeordnet sind.

Im Vergleich zu einer kovalenten C-H-Bindung (ca. 360 kJ/mol) ist die Wasserstoffbrückenbindung eine mäßig schwache Wechselwirkung.

Sie ist jedoch stärker als die VAN DER WAALS-Kräfte. Wasserstoffbrücken spielen in der Natur eine ganz entscheidende Rolle. Die mittlere kinetische Translationsenergie beträgt bei der Körpertemperatur des Menschen etwa 4 kJ/mol. Das Spalten und Neubilden der Wasserstoffbrücken sind daher elementare Prozesse des Stoffwechsels. Nur durch den gerichteten Charakter der H-Brücken sind komplizierte Molekülstrukturen aufrechtzuerhalten; gleichzeitig lassen sie einen schnellen Strukturwechsel zu.

Auch auf der AEROSIL® Oberfläche laufen ähnliche „Reaktionen“ ständig ab. Die „lockere Struktur“ der AEROSIL® Agglomerate kann durch einfaches Knüpfen und Lösen von Wasserstoffbrücken erklärt werden.

Aufgrund der (geringen) Silanolgruppendichte von ca. 2,5/nm<sup>2</sup> besteht keine Möglichkeit zur Bildung von intrapartikulären Brücken (im Gegensatz zu Fällungskieselsäuren). Das Vorliegen von isolierten Silanolgruppen wird auch durch IR-spektroskopische Studien gestützt, so dass nur interpartikuläre Wasserstoffbrücken in Betracht zu ziehen sind.

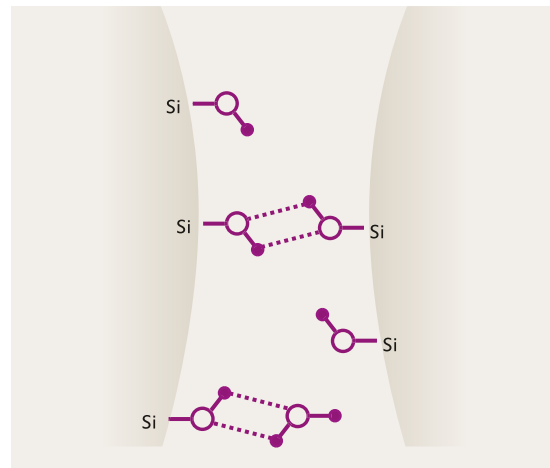


Abbildung 68: eine Wasserstoffbrücken-Wechselwirkung zwischen zwei AEROSIL® Primärteilchen

Im Infrarotspektrum nimmt bei verbrückten Systemen die Frequenz der Schwingungen zwischen dem Sauerstoff- und dem Wasserstoffatom der OH-Bindung ab, was einer Lockerung der OH-Bindung entspricht. Die Wahrscheinlichkeit, einen geeigneten Nachbarn für eine Silanolgruppe zwecks Ausbildung einer H-Brücke zu finden, steigt mit zunehmender Teilchenfeinheit. Daher nimmt die Dichte der freien Silanolgruppen (SiOH/nm<sup>2</sup>) mit steigender spezifischer Oberfläche ab (Abbildung 69). Dies spiegelt sich auch in der Dispergierbarkeit von AEROSIL® wider, die mit wachsender spezifischer Oberfläche geringer wird.

### 3.4.3.2 Feuchtigkeitshaushalt

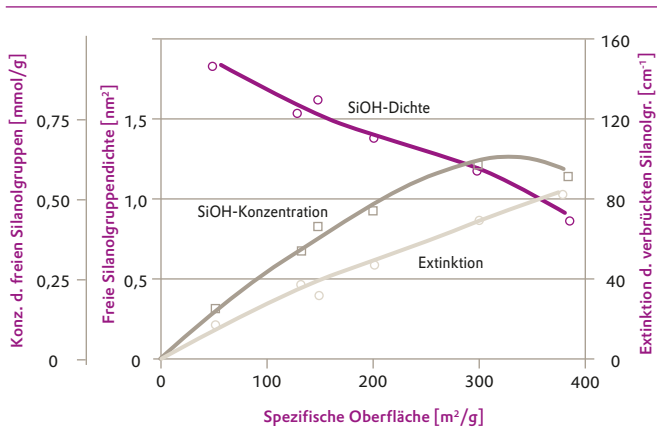
#### 3.4.3.2.1 Feuchtigkeitshaushalt bei Raumtemperatur

Wassermoleküle können über Wasserstoffbrücken, wie im vorangegangenen Kapitel diskutiert, an Silanolgruppen und somit an die AEROSIL® Oberfläche fixiert werden. Wasserdampf hat daher eine relativ hohe Affinität zu hydrophilem AEROSIL® und wird gut adsorbiert (Benetzungswärme von Wasser an AEROSIL® 200:  $-150 \times 10^{-7} \text{ J/m}^2$ , im Vergleich zu Quarz, der eine höhere Affinität zu flüssigem Wasser hat:  $-610 \times 10^{-7} \text{ J/m}^2$ ).

Die Wasseraufnahme aus der Atmosphäre hängt von der Luftfeuchtigkeit ab und ist reversibel (Abbildung 70).

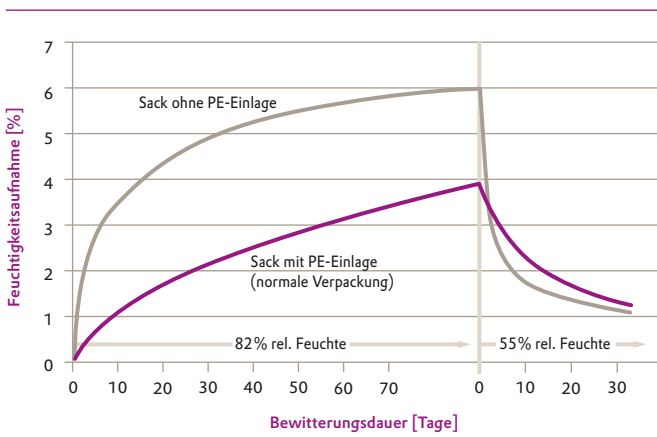
Je nach Lagerbedingungen wird die Luftfeuchtigkeit bemerkenswert rasch aufgenommen bzw. genauso schnell wieder abgegeben. Die Gleichgewichtseinstellung in der Praxis verläuft langsam, da in einem AEROSIL® Sack die äußeren Schichten tiefer liegende Anteile weitgehend abschirmen. Der Feuchtigkeitshaushalt wird dann im Wesentlichen von Diffusionsprozessen bestimmt.

Abbildung 69



Silanolgruppeneigenschaften als Funktion der spezifischen Oberfläche von AEROSIL® (IR, Proben 1 Jahr alt)

Abbildung 70

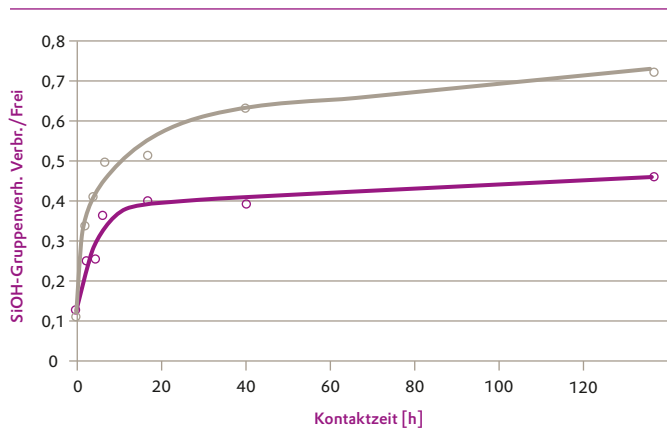


Feuchtigkeitsaufnahme (Lagerung bei 82 % rel. Feuchte) bzw. -abgabe (Lagerung bei 55 % rel. Feuchte) von AEROSIL® 200 (10 kg-Sack, verschlossen, rote Kurve: PE-Beschichtung = normale Verpackung; graue Kurve: Sack ohne PE-Lage). Weitere Hinweise zur Lagerung von AEROSIL® finden Sie in Kapitel 7.4 Lagerfähigkeit von AEROSIL®

Dieses Verhalten kann in einem einfachen Bewitterungsversuch demonstriert werden. Hierzu werden mit AEROSIL® 150 gefüllte Reagenzgläser bei einer rel. Luftfeuchte von 90 % gelagert.

Durch die Wasseradsorption ändern sich die Absolutbeträge der Extinktionswerte der freien und verbrückten Silanolgruppen. Die Änderung des Quotienten aus Extinktion „verbrückt“ und „frei“ beschreibt die fortschreitende Wasseraufnahme. Abbildung 71 zeigt, dass sich die obere AEROSIL® Schicht im Vergleich zur untersten deutlich unterscheidet. Die Ergebnisse sind mit einer langsamen Feuchtediffusion in das Innere einer AEROSIL® Schüttung erklärbar.

Abbildung 71



— obere Schicht — untere Schicht

Vergleich der Silanolgruppenverhältnisse in der untersten und obersten AEROSIL® 150 Schicht in einem Reagenzglas in Abhängigkeit der Befeuchtungsdauer (90 % rel. Feuchte)

Die maximale Wasseraufnahme von hydrophilem AEROSIL® (dünne Schicht) wächst mit steigender spezifischer Oberfläche und korreliert daher mit der Gesamtzahl der Silanolgruppen. Mit der größten BET-Oberfläche nimmt AEROSIL® 380 naturgemäß das meiste Wasser auf.

Bei den hydrophoben AEROSIL® Typen ist die Gesamtzahl der Silanolgruppen und damit die Feuchtigkeitsaufnahme deutlich reduziert.

AEROSIL® ist nicht hygroskopisch. Es nimmt zwar Luftfeuchtigkeit auf, gibt diese aber unter „normalen“, leicht veränderten Bedingungen wieder bereitwillig ab. Dabei werden jeweils – bei genügend langer Lagerzeit – Gleichgewichtszustände erreicht.

Mindestens 95 % des nach der Genese adsorbierten Wassers werden durch einfaches Anlegen von Vakuum (4–10 mbar) selbst bei Raumtemperatur entfernt, was anhand der IR-Spektren leicht nachgewiesen werden kann.

Feste hygroskopische Stoffe neigen bekanntlich zum Zerfließen bzw. Verklumpen, während AEROSIL® unter den erwähnten Bedingungen unverändert bleibt.

#### 3.4.3.2.2 Alterung

Der Bindungswinkel Si-O-Si in einer Siloxanbrücke kann zwischen 120° und 180° variieren. Gespannte Siloxanbindungen zeigen gegenüber Wasser eine gesteigerte Reaktivität:

Wie Tabelle 12 zeigt, wird durch diese Hydrolyse im Laufe der Lagerzeit die Silanolgruppenkonzentration erhöht. Die hierzu erforderliche Wassermenge ist sehr gering (ca. 0,25 %). AEROSIL® enthält gleich nach der Flammenhydrolyse diese Feuchtigkeitsmenge in Form von physikalisch gebundenem Wasser.

**Tabelle 12**

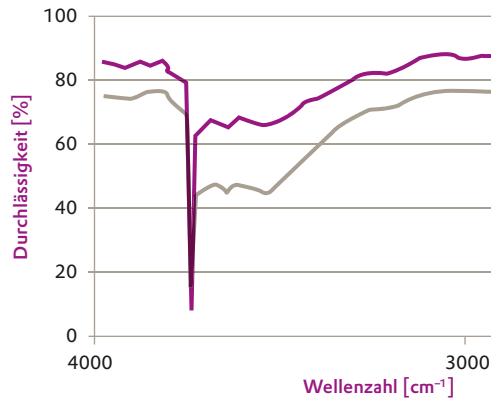
	3 Tage alt	1 Jahr gelagert	Bestimmungsmethode
Isolierte SiOH/nm <sup>2</sup>	1,5	1,15	IR
Gesamt SiOH/nm <sup>2</sup>	1,8	2,65	LiAlH <sub>4</sub>

Silanolgruppendichte von frisch hergestelltem und einem Jahr gelagerten AEROSIL® 200 (Originalsack)

Wie man anhand der IR-Spektren in Abbildung 72 erkennen kann, lagert sich im Laufe das physikalisch gebundene Wasser auch an die freien Silanolgruppen an, wobei sie in verbrückte Silanolgruppen übergehen.

**Abbildung 72**

IR-Spektren von AEROSIL® 200

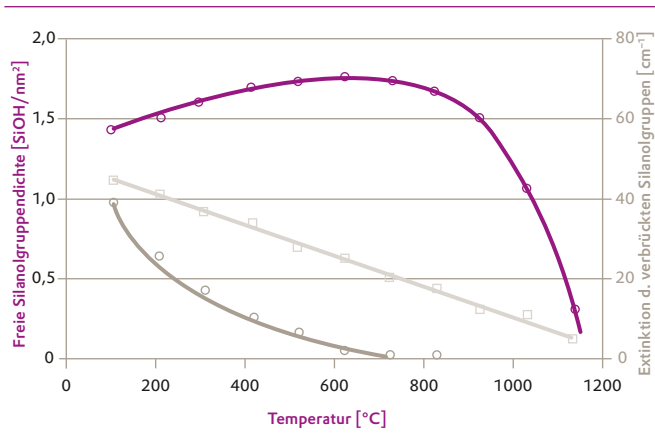


— frische Probe — 1 Jahr gelagerte Probe

#### 3.4.3.2.3 Feuchtigkeitshaushalt bei erhöhten Temperaturen

Erhitzt man AEROSIL® 200, steigt die Konzentration an freien Silanolgruppen bis ca. 600 °C an (1,8 SiOH/nm<sup>2</sup>); gleichzeitig nimmt die Intensität der verbrückten Silanolgruppen bis auf Null ab (ca. 700 °C), s. Abbildung 73. Geringfügige Änderungen der Bandenform bei 3750 cm<sup>-1</sup> beim Erhitzen zwischen 450 °C und 1100 °C sind laut E. Knözinger, R. Hoffmann und R. Echterhoff auf eine Konzentrationsänderung der geminalen Silanolgruppen (= Si(OH)<sub>2</sub>) zurückzuführen.

Abbildung 73



—●— Extinktion der verbrückten Silanolgruppen  
 —○— Extinktion bei 4500 cm<sup>-1</sup> —●— SiOH-Dichte

Abspaltung von Silanolgruppen von AEROSIL® durch thermische Behandlung (IR-Kontrolle, 1 h Temperzeit)

Die Affinität von getempertem AEROSIL® gegenüber Wasser wurde IR-spektroskopisch verfolgt: Die bei 500 °C bis 900 °C behandelten Proben nehmen bereitwilliger Wasser auf, als das bei 1100 °C geglühte AEROSIL®. Offensichtlich können bei hohen Temperaturen gespannte Siloxanbrücken durch kleine Gerüstumlagerungen in weniger gespannte Systeme übergehen, die einer späteren Hydrolyse nicht mehr zugänglich sind.

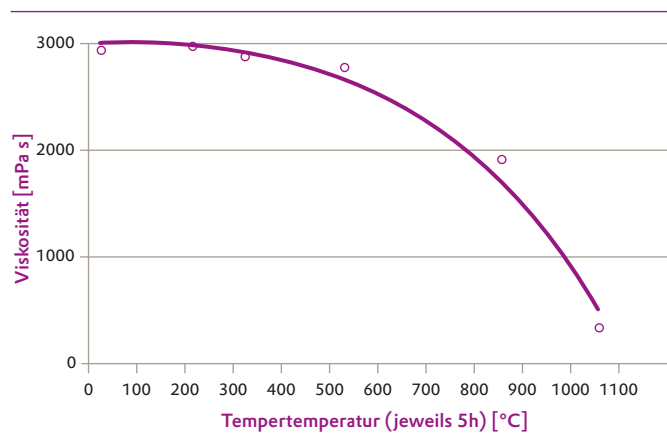
An der bei 1100 °C getemperten AEROSIL® Probe beobachtet man das simultane Anwachsen zweier IR-Banden bei 3715 cm<sup>-1</sup> (Protonenakzeptor) bzw. 3510 cm<sup>-1</sup> (Protonendonator). Diese Intensitäten gehen auf eine Chemisorption von Wasser zurück und sind H-verbrückten vicinalen OH-Gruppen zuzuordnen. Längere Verbrückungsketten (OH)<sub>3</sub>, (OH)<sub>4</sub>, etc. werden nicht beobachtet.

Bei niedrigeren Temperaturen (ca. 900 °C) wird die reine Adsorption von Wassermolekülen an vorhandene Silanolgruppen ebenfalls merklich. AEROSIL®, das nur bei 450 °C (oder bei noch niedrigeren Temperaturen) behandelt wurde, zeigt bei der Reaktion mit Wasser eine zusätzliche Bande bei 3675 cm<sup>-1</sup>. Geglühte Proben zeigen diese Schwingungen nicht, was auf irreversible Vorgänge bei hohen Temperaturen schließen lässt.

Die verringerte Verdickungswirkung von bei hohen Temperaturen behandeltem AEROSIL® ist ebenfalls auf einen irreversiblen Verlust von Silanolgruppen zurückzuführen, siehe Abbildung 74.

56 | 57

Abbildung 74



Verdickungswirkung von getempertem AEROSIL® 200 (ungesättigte Polyesterharze, Temperzeit: jeweils 5 h)

Sie möchten aus dem  
breitesten Produktportfolio für  
eine Vielzahl von Anwendungen  
auswählen?

## Produkte

---

- Hydrophile Typen
- Nachbehandelte Typen
- Für die Lebensmittelindustrie
- Für die pharmazeutische Industrie

Einleitung

Herstellung

Eigenschaften

Produkte

Anwendungstechnische Effekte

Qualität und Produktsicherheit

Handhabung und Verfügbarkeit

Anhang

# 4. Produkte

1941 begann die damalige Degussa damit, einen weißen Füllstoff für die Reifenindustrie als Ersatz für Industrieruße zu entwickeln. Die bis dahin genutzten Füllstoffe konnten nur aus Öl produziert werden.

Ein Jahr später gelang in einer Hochtemperatur-Flammensynthese die erste Kleinproduktion einer extrem feinteiligen Kieselsäure, die heute Grundlage vieler technischer Prozesse und Produkte ist. Die Idee, pyrogene Kieselsäuren – wie man die Produkte heute nennt – in Reifen einzusetzen, hat sich in den ersten Jahren der Entwicklung nicht erfüllt.

Die Kieselsäuren aus dem von Harry Klöpfer entwickelten Verfahren werden seit 1943 unter dem Markennamen AEROSIL® vertrieben, 1944 startete die Produktion in Rheinfelden, 1952 begann die großtechnische Herstellung nach einem neuentwickelten Flammenrohrverfahren.

Aufgrund Erfahrung, Entwicklung und Forschung konnte Evonik die Position als führender Hersteller von pyrogener Kieselsäure weiter ausbauen.

Ohne pyrogene Kieselsäuren wären viele Dinge des täglichen Lebens nicht mehr denkbar.

Eingesetzt wird AEROSIL® zum Beispiel in erdbebensicheren Fundamenten von Gebäuden, in Siliconabdichtungen für Badewannen, in Isolationsmaterialien, in der Lebensmittelindustrie, in der pharmazeutischen Industrie, als Abstandhalter von Farbpartikeln in Tonern, in Hochtechnologiebranchen oder in Farben und Lacken, die ohne AEROSIL® nur schwer verarbeitbar wären (siehe Tabelle 2 Seite 10).



Abbildung 75:

Dr. Harry Klöpfer, Chemiker der früheren Degussa und Erfinder von AEROSIL®, der pyrogenen Kieselsäure

## 4.1 Hydrophile Typen

Die AEROSIL® Typen werden in unbehandelte (hydrophile) und chemisch nachbehandelte (hydrophobe) Typen unterteilt.

Die hydrophilen Typen können ferner in reine Siliciumdioxid und Mischoxide unterteilt werden. Die Namen der nicht dotierten Produkte – der Standard AEROSIL® Typen – werden aus dem Markennamen AEROSIL® und einer Zahl gebildet. Die Zahl steht für die spezifische Oberfläche des Produktes (BET), welches die wichtigste Eigenschaft zur Unterscheidung der verschiedenen pyrogenen Kieselsäuren ist.

Von diesen AEROSIL® Typen wiederum leiten sich weitere Varianten ab. So zum Beispiel die Pharma- und Food-Produkte, die nach IPEC-GMP\* bzw. HACCP\*\* Richtlinien hergestellt und analysiert werden.

Durch verschiedene Verdichtungsmethoden erzielt Evonik bei bestimmten AEROSIL® Typen auch verdichtete Varianten, die für diverse industrielle Anwendungen notwendig sind. Diese Varianten haben eine höhere Stampf- und Schüttdichte als die nicht verdichteten Varianten und sind von fast allen AEROSIL® Typen erhältlich.

Grundlegende physikalisch-chemischen Kenndaten der einzelnen hydrophilen AEROSIL® Typen sind in Tabelle 13 zusammengefasst.

Tabelle 13: Hydrophile pyrogene Kieselsäuren

AEROSIL® Typen	BET Oberfläche [m <sup>2</sup> /g]	Trocknungsverlust [%]	pH
AEROSIL® 90	75–105	≤ 1,0	3,7 – 4,7
AEROSIL® 130	105–155	≤ 1,5	3,7 – 4,5
AEROSIL® 150	135–165	≤ 1,5	3,7 – 4,5
AEROSIL® 200	175–225	≤ 1,5	3,7 – 4,5
AEROSIL® 255	230–280	≤ 1,5	3,7 – 4,5
AEROSIL® 300	270–330	≤ 1,5	3,7 – 4,5
AEROSIL® 380	350–410	≤ 2,0	3,7 – 4,5
AEROSIL® OX 50	35 – 65	≤ 1,5	3,8 – 4,8

Es handelt sich um unverbindliche Richtwerte.

\* **IPEC-GMP** = International Pharmaceutical Excipients Councils – Good Manufacturing Practice – Qualitätssicherung von pharmazeutischen Hilfsstoffen

\*\* **HACCP** = Hazard Analysis and Critical Control Points – Qualitätsmanagement für Lebensmittel- und Tierfutterindustrie



## 4.2 Oberflächenbehandelte Typen

### 4.2.1 Hydrophobes AEROSIL®

Zur Lösung bestimmter technischer Problemstellungen wurden eine Vielzahl hydrophober AEROSIL® Typen entwickelt. Diese entstehen durch die chemische Nachbehandlung hydrophiler Typen mit Alkoxy-Silanen, Silazanen oder Siloxanen. Im Endprodukt sind Teile des Nachbehandlungsagens fest mit dem ehemals hydrophilen Oxid chemisch verbunden. Die nun hydrophoben Produkte zeichnen sich unter anderem durch geringe Feuchtigkeitsaufnahme, besonders gute Dispergierbarkeit sowie ihrem Vermögen aus, das rheologische Verhalten sogar von polaren Systemen einzustellen.

Die Rieselfähigkeit von Pulvern wird durch den Zusatz von hydrophobem AEROSIL® gesteigert. Weiterhin verbessern diese hochdispersen Kieselsäuren die Wasserbeständigkeit bestimmter Systeme. Durch die geringe Feuchtigkeitsaufnahme des hydrophobem AEROSIL® werden Textilbeschichtungen mit Zusätzen hydrophober Produkte wasserabweisend. Ein weiterer positiver Effekt ist, dass feuchtigkeitsempfindliche Pigmente, Superabsorber und Feuerlöschpulver durch Zusätze hydrophober Kieselsäure ihre Lagerstabilität deutlich verbessern. Pigmente können mit hydrophobem AEROSIL® leichter dispergiert werden und die Farbintensität erhöht sich.

#### Positive Effekte von hydrophobem AEROSIL®

- Optimale Rheologie während der Verarbeitung
- Verdickung von polaren Flüssigkeiten, z. B. Epoxidharz
- Verstärkung von Silicon-Elastomeren
- Hohe Füllgrade, z. B. Abformmassen
- Verbesserung von wasserabweisenden Eigenschaften, z. B. Rostschutz
- Verbesserung dielektrischer Eigenschaften, z. B. Kabelmassen
- Fließhilfsmittel von Pulver, z. B. in Feuerlöschern
- Erhöhung der Kratzfestigkeit, z. B. in Lacken und Kunststoffen

Die physikalisch-chemischen Kenndaten ausgewählter hydrophober AEROSIL® Typen sind in Tabelle 14 zusammengefasst.

**Tabelle 14: Hydrophobe pyrogene Kieselsäuren**

AEROSIL® Typen	BET Oberfläche [m <sup>2</sup> /g]	Trocknungsverlust [%]	pH	Kohlenstoffgehalt [%]
AEROSIL® R 972	90–130	≤ 0,5	3,6 – 5,5*	0,6 – 1,2*
AEROSIL® R 974	150–190	≤ 0,5	3,7 – 4,7	0,9 – 1,5*
AEROSIL® R 104	125–175	-	≥ 4,0	1,0 – 2,0
AEROSIL® R 106	220–280	-	≥ 3,7	1,5 – 3,0
AEROSIL® R 202	80–120	≤ 0,5	4,0 – 6,0	3,5 – 5,0
AEROSIL® R 208	100–120	≤ 0,5	4,5 – 6,5	4,5 – 6,5
AEROSIL® R 805	125 – 175	≤ 0,5	3,5 – 5,5	4,5 – 6,5
AEROSIL® R 812	230 – 290	≤ 0,5	5,5 – 8,0	2,0 – 3,0
AEROSIL® R 812 S	195 – 245	≤ 0,5	5,5 – 9,0	3,0 – 4,0
AEROSIL® R 816	170 – 210	≤ 1,0	4,0 – 5,5	0,9 – 1,8
AEROSIL® NAX 50	30–50	≤ 0,5	6,0–8,0	0,45–0,85
AEROSIL® NY 50	20–40	≤ 0,5	5,0–6,0	2,5–3,5
AEROSIL® RX 200	115–165	≤ 0,5	5,5–8,5	1,5–3,5
AEROSIL® RX 300	180–220	≤ 0,5	6,0–8,0	3,0–5,0
AEROSIL® RX 50	25–45	≤ 0,5	6,0–8,0	0,4–1,0
AEROSIL® RY 200	80–120	≤ 0,5	4,0–7,0	3,0–5,5
AEROSIL® RY 200 L	80–120	≤ 0,5	4,0–7,0	4,0–6,0
AEROSIL® RY 200 S	65–95	≤ 0,5	4,5–6,5	3,0–5,0
AEROSIL® RY 300	110–140	≤ 0,5	4,5–5,5	6,0–8,0
AEROSIL® RY 50	15–45	≤ 0,5	4,5–7,5	3,0–4,0
AEROSIL® NX 90 G	50–80	≤ 0,5	5,0–7,5	0,7–1,5
AEROSIL® NX 90 S	50–80	≤ 0,5	5,0–7,5	0,5–1,5
AEROSIL® NX 130	85–115	≤ 0,5	5,0–7,5	1,0–3,0
TiO <sub>2</sub> NKT 90	50–75	≤ 1,0	3,0–4,0	2,0–4,0
AEROXIDE® STX 501	20–45	≤ 1,0	7,0–10,0	0,2–1,0
AEROXIDE® STX 801	40–70	≤ 1,0	6,0–8,5	0,5–2,0

\*Je nach Region ist ein engerer Bereich möglich.  
Es handelt sich um unverbindliche Richtwerte

## 4.2.2 Funktionalisierte Kieselsäure

Neben der Oberflächenbehandlung von AEROSIL® zur Erzeugung hydrophober Typen existiert auch die Möglichkeit die Oberfläche der Partikel zu funktionalisieren. Dabei werden analog zur Hydrophobierung Nachbehandlungsschritte angewandt, die jedoch nicht ausschließlich die Polarität der Kieselsäure beeinflussen, sondern vielmehr die gezielte chemische Funktionalisierung zum Ziel haben.

In speziellen Anwendungen gewährleistet erst eine passende funktionelle Gruppe die gewünschte Wechselwirkung zwischen der Matrix und der darin eingearbeiteten Kieselsäure. So können beispielswei-

se Methacrylat-funktionalisierte AEROSIL® Typen in spezielle Lacke, Harze oder Kunststoffmassen eingearbeitet werden, in denen die Partikel als integraler Bestandteil des Polymers fungieren. Dies gelingt, indem die auf der Partikeloberfläche vorhandenen reaktiven Gruppen mit den umgebenden Bestandteilen vernetzen. Solche Composit-Systeme zeichnen sich durch hervorragende Eigenschaften beispielsweise in Bezug auf Kratzfestigkeit oder mechanische Eigenschaften aus.

Die physikalisch-chemischen Kenndaten funktionalisierter AEROSIL® Typen sind in Tabelle 15 zusammengefasst.

**Tabelle 15: Funktionalisierte Kieselsäuren**

AEROSIL® Typen	BET Oberfläche [m <sup>2</sup> /g]	Trocknungsverlust [%]	pH	Kohlenstoffgehalt [%]
AEROSIL® R 711	125–175	≤ 1,5	4,0 – 6,0	4,5 – 6,5
AEROSIL® R 504	125–175	≤ 1,5	8,5 – 10,5	2,0 – 4,0
AEROSIL® NA 200 Y	100–150	≤ 0,8	6,5–9,5	3,0–5,0
AEROSIL® NA 50 H	30–50	≤ 0,8	8,0–10,0	≤ 2,0
AEROSIL® NA 50 Y	25–45	≤ 0,8	6,5–9,0	2,0–4,0
AEROSIL® RA 200 HS	120–160	≤ 0,8	8,0–10,0	≤ 3,0
AEROSIL® REA 90	40–70	≤ 1,0	7,5–10,0	3,0–6,0
AEROSIL® REA 200	110–150	≤ 1,0	8,0–10,0	5,0–7,5

Es handelt sich um unverbindliche Richtwerte.

## 4.2.3 Strukturierte Typen

Strukturmodifizierte AEROSIL® Typen eröffnen weitere Möglichkeiten, Kunden bei Neu- und Weiterentwicklungen ihrer Produkte zu unterstützen.

Beispielhaft können hier hohe Füllgrade bei geringer Viskositätszunahme in flüssigen Systemen genannt werden.

Die physikalisch-chemischen Kenndaten der einzelnen strukturierten AEROSIL® Typen sind in Tabelle 16 zusammengefasst.

**Tabelle 16: Strukturierte Kieselsäuren**

AEROSIL® Typen	BET Oberfläche [m <sup>2</sup> /g]	Trocknungsverlust [%]	pH	Kohlenstoffgehalt [%]
AEROSIL® R 7200	125–175	≤ 1,5	4,0 – 6,0	4,5 – 6,5
AEROSIL® R 8200	135–185	≤ 0,5	≥ 5,0	2,0 – 4,0
AEROSIL® R 9200	150–190	≤ 1,5	3,0 – 5,0	0,7 – 1,3

Es handelt sich um unverbindliche Richtwerte.

Weitere Informationen über strukturierte Typen finden Sie in unserer Technischen Information 1209 „AEROSIL® R 8200 für Silikonkautschuk - Pyrogene Kieselsäure mit hohen Verstärkereigenschaften und besonders niedriger Verdickungswirkung“ und der Technischen Information 1284 „AEROSIL® R 9200 zur Verbesserung der Kratzfestigkeit von Lacksystemen“.

#### 4.2.4 Granulierte pyrogene Kieselsäure

Im Gegensatz zu dem feinteiligen Evonik Kernprodukt AEROSIL® handelt es sich bei AEROPERL® (AEROPERL® 300/30 und AEROPERL® 300 Pharma) um kugelförmige, mechanisch stabile Granulate mit einer mittleren Partikelgröße von etwa 30 Mikrometern (dies ist das 30 Millionstel eines Meters). Die hochporösen Granulate aus reinem Siliciumdioxid eignen sich sehr gut als Träger flüssiger oder pastöser Wirk- und Duftstoffe, Aromen oder anderer Flüssigkeiten. Die besonders leichte Handhabung aufgrund der Granulat-Natur von AEROPERL® vereinfacht moderne Herstellungsprozesse.

##### Positive Effekte

- Staubarme und sehr einfache Handhabung
- Hohe Reinheit
- Sowohl unbeladen als auch beladen sehr gutes Fließverhalten
- Hohes Adsorptions- und Saugvermögen
- Einfache Abtrennung aus Flüssigkeiten und Gasen

Detaillierte Informationen über granulierte AEROSIL® Typen finden Sie in unserer Technischen Information 1341 „AEROPERL® Granulated fumed oxides“.

#### 4.2.5 AERODISP® – flüssige AEROSIL® Typen

AERODISP® Dispersionen sind die ideale Lösung für die staubfreie Handhabung von pulverförmigem AEROSIL® in flüssigen Medien. Aufgrund des über viele Jahre erworbenen Know-hows zur Herstellung von Dispersionen und des speziellen Produktionsverfahrens liegen die pyrogenen Oxide bereits in außergewöhnlich gut dispergierter Form vor. AERODISP® Dispersionen sind gebrauchsfertig und einfach zu handhaben. Über die hier gezeigte Produktpalette hinaus bietet Evonik eine große Anzahl maßgeschneiderter Dispersionen auf Basis verschiedener pyrogener Kieselsäuren und Metalloxide an. Die verwendeten Dispergiermedien sind entweder Wasser oder Ethylenglykol. Dispersionen in nicht-wässrigen organischen Lösemitteln sind auf Anfrage verfügbar.

##### Positive Effekte

- Hohe Tintenadsorption von Photo-Inkjet-Papieren
- Verbessert die Oberflächeneigenschaften durch Reinigen, Polieren, Beschichten von z. B. Metallen, Papier, Textilien etc.
- Optimiert die rheologischen Eigenschaften von Farben, Lacken und Batterie-Gelen
- Verbessert die mechanischen Eigenschaften von z. B. Latices
- Erhöht die Flokkulationseigenschaften z. B. bei der Wasserreinigung
- Verbessert die optischen Eigenschaften beim Beizen von Holz
- Optimiert Haftungseigenschaften z. B. bei Selbstklebeetiketten
- Verbesserte Anti-Blocking-Eigenschaften in PET-Filmen

Die physikalisch-chemischen Kenndaten der einzelnen AERODISP® Typen sind in Tabelle 17 zusammengefasst.

**Tabelle 17 AERODISP® Dispersionen**

AERODISP® Typen	Feststoffgehalt <sup>1)</sup> [Gew. %]	pH <sup>2)</sup>	Viskosität <sup>3)</sup> [mPas]	Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	Stabilisierungsmittel/Bemerkungen
<b>SiO<sub>2</sub> Dispersionen, basisch</b>					
AERODISP® W 7520	20	9,5–10,5	≤ 100	1,12	Ammoniak
AERODISP® W 7520 N	20	9,5–10,5	≤ 100	1,12	Natronlauge
AERODISP® W 7520 P	20	9,0–10,0	≤ 300	1,12	Kalilauge
AERODISP® W 7622	22	9,5–10,5	≤ 1000	1,13	Ammoniak
AERODISP® W 1226	26	9,0–10,0	≤ 100	1,16	
VP Disp. W 1250	50	9,5–10,5	≤ 2000	1,38	Ammoniak
AERODISP® W 1244	48	10,6–11,2	≤ 200	1,44	KOH
AERODISP® W 7330 N	30	9,5–10,5	≤ 1000	1,20	Natronlauge
AERODISP® WR 8520	20	10,0–11,0	≤ 100	1,13	2-Dimethylaminoethanol (DMEA)
AERODISP® W 1813	12	9,0–10,0	≤ 100	1,07	
AERODISP® W 7225 P	25	9,8–10,8	≤ 300	1,16	Kalilauge
<b>SiO<sub>2</sub> Dispersionen, sauer</b>					
AERODISP® W 1714	14	5,0–6,0	≤ 100	1,08	Phosphat / <sup>4)</sup>
AERODISP® W 1824	24	5,0–6,0	≤ 150	1,15	Phosphat / <sup>4)</sup>
AERODISP® W 1836	34	4,0–6,0	≤ 200	1,23	Phosphat / <sup>4)</sup>
AERODISP® W 7215 S	15	5,0–6,0	≤ 100	1,09	Ammoniak
AERODISP® W 7512 S	12	5,0–6,0	≤ 100	1,07	Ammoniak
<b>SiO<sub>2</sub> Dispersionen, kationisch</b>					
AERODISP® WK 341	41	2,5–4,0	≤ 1000	1,28	kationisches Polymer / <sup>4)</sup>
AERODISP® WK 7330	30	2,5–4,0	≤ 1000	1,20	kationisches Polymer / <sup>4)</sup>
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Dispersionen</b>					
AERODISP® W 630	30	3,0–5,0	≤ 2000	1,26	
AERODISP® W 440	40	3,0–5,0	≤ 1000	1,38	
AERODISP® W 925	25	3,0–5,0	≤ 1000	1,20	
<b>TiO<sub>2</sub> Dispersionen</b>					
AERODISP® W 740 X	40	5,0–7,0	≤ 1000	1,41	
VP Disp. W 2730 X	30	6,0–8,0	≤ 5000	1,28	
<b>Lösemittelhaltige Dispersionen</b>					
AERODISP® G 1220	20	–	≤ 300	1,23	Ethylenglykol
VP Disp. G 6020 X	20	–	≤ 200	1,24	Ethylenglykol
AERODISP® 1030	30	–	≤ 10 [Pa s] <sup>3)</sup>	1,16	1-Methoxy-2-Propylacetat (MPA)

Weitere Dispersionen von hydrophiler und hydrophober Kieselsäure, sowie von Metalloxiden in organischen Lösemitteln sind auf Nachfrage erhältlich. Die angegebenen Daten sind unverbindliche Richtwerte.

- 1) Feststoffgehalte können produktionsbedingt um ±1 Prozentpunkte schwanken
- 2) angelehnt an EN ISO 787-9
- 3) gemessen gemäß DIN EN ISO 3219 bei einer Scherrate von 100 s<sup>-1</sup>
- 4) enthält Stabilisatoren

Entwicklungsprodukte werden als VP Disp. gekennzeichnet. Ihre Kommerzialisierung hängt vom Markterfolg ab. Daher kann zukünftige Verfügbarkeit nicht gewährleistet werden, obwohl sie bereits heute in kommerziellen Mengen produziert werden. In einigen Fällen wurden VP Disp.-Produkte noch nicht allen Prüfungen unterzogen.

Detaillierte Informationen über AERODISP® Typen finden Sie in unserer Industrie Broschüre „AERODISP® Fumed Silica and Metal Oxide Dispersions“.

### 4.3 Für die Lebensmittelindustrie

Leicht zu verarbeitende und qualitativ hochwertige Lebensmittel werden immer beliebter. Zu ihrer Herstellung werden oft pulverförmige Zutaten wie Salz, Zucker, Gewürze, Ei- oder Milchpulver verwendet. Wegen ihrer Feinteiligkeit und/oder Hygroskopizität haben diese Lebensmittelbestandteile meist schlechte Fließigenschaften und sind daher schwierig zu verarbeiten oder exakt zu dosieren. Der Zusatz von AEROSIL® 200 F oder AEROSIL® 380 F bietet für diese Lebensmittel eine kostengünstige Lösung, um eine einfache Handhabung und gleichbleibende Produktqualität sicherzustellen. Gleichzeitig führt ein störungsfreier Ablauf des Herstellungsprozesses von Lebensmitteln zur Produktionssteigerung.

AEROSIL® 200 F und AEROSIL® 380 F verbessern deutlich die Rieselfähigkeit von pulverförmigen Produkten und wirken als Fließhilfsmittel, indem sie die Pulverteilchen des Produktes umhüllen und so als Abstandhalter fungieren. Ein weiterer Vorteil von AEROSIL® Produkten ist deren gute Absorptionskapazität. Dadurch nehmen sie Spuren von Wasser oder Ölen auf und vermindern so zusätzlich die Verbackungsneigung der Pulver. Die Farbtiefe des Produktes bleibt durch den Einsatz von AEROSIL® 200 F und AEROSIL® 380 F erhalten.

In flüssigen Lebensmitteln wie z.B. ölhaltigen Marinaden regulieren AEROSIL® 200 F oder AEROSIL® 380 F die Viskosität und verzögern so z.B. die Sedi-

mentation der Kräuter oder Gewürze. AEROSIL® 200 F und 380 F sind hydrophile, pyrogene Kieselsäuren mit einer durchschnittlichen spezifischen Oberfläche von 200 bzw. 380 m<sup>2</sup>/g. Diese speziellen Typen werden nach den Anforderungen der HACCP\*-Richtlinien hergestellt. Der Produktions- und Verpackungsprozess wurde auditiert und erfüllt die Vorgaben für Lebensmittel- und Tierfuttermittel-Additive in Europa und die Fami-QS Zertifizierung.

#### Vorteile, die Ihnen AEROSIL® 200 F und AEROSIL® 380 F bieten

- Einstellung der Rheologie von Flüssigkeiten
- Einsatz als Antiabsetzmittel, Verdickungsmittel
- Verbesserung der Rieselfähigkeit von Pulvern
- Absorptionsmittel zur Vermeidung des Feuchtwerdens und Verklumpens von Pulvern
- Hohe chemische Reinheit, niedrige Restfeuchte
- Geschmacksneutralität
- Keine Veränderung der natürlichen Farbe von Pulverformulierungen

\* HACCP = Hazard Analysis and Critical Control Points – Qualitätsmanagement für Lebensmittel- und Tierfutterindustrie

### 4.4 Für die pharmazeutische Industrie

Zuverlässige und kostenoptimierte Produktionsverfahren sind ein Muss für die pharmazeutische Industrie. Als wirkungsvolles Tablettierungshilfsmittel ist AEROSIL® zu einem der wichtigsten und am häufigsten verwendeten pharmazeutischen Hilfsstoffe geworden. Die Herstellung von Tabletten und Kapseln mit Hilfe von Hochgeschwindigkeitsmaschinen erfordert ein optimales Fließverhalten des trockenen pulverförmigen Ausgangsmaterials. Als Fließregulierungsmittel eingesetzt, hilft AEROSIL® einen einheitlichen Wirkstoffgehalt in jeder Tablette oder Kapsel zu erzielen und macht damit einen hohen Durchsatz in der Produktion möglich. AEROSIL® optimiert darüber hinaus auch die Herstellung und Eigenschaften zahlreicher weiterer Arzneiformen wie Salben, Zäpfchen und transdermalen therapeutischen Systemen.

Die hochregulierte pharmazeutische Industrie stellt hohe Anforderungen an die Reinheit und Zuverlässigkeit der eingesetzten Rohstoffe. Dieser Anforderung kommt AEROSIL® dank seines hohen Gehalts an Kieselsäure und extrem niedrigem Schwermetallgehalt in vorbildlicher Weise nach. Für pharmazeutische Produkte gelten jedoch noch weitere Anforderungen. So müssen sie nach speziellen, in den Monographien der Arzneibücher niedergelegten Methoden analysiert werden und ihre Herstellung nach validierten Verfahren erfolgen. Um diesen Anforderungen gerecht zu werden, bietet Evonik spezielle Produkte für die pharmazeutische Industrie an, die mit dem Suffix „Pharma“ in ihrem Namen gekennzeichnet sind. Alle diese Produkte werden gemäß den Good Manufacturing Practice Richtlinien des International Pharmaceutical Excipient Council (IPEC) hergestellt und nach den relevanten internationalen Arzneimittelbüchern getestet. Für nähere Informationen kann unsere Industriebroschüre „AEROSIL® Colloidal Silicon Dioxide for Pharmaceuticals“ herangezogen werden.

Sie benötigen einen  
Alleskönner, der speziell  
auf Ihre Anwendung  
zugeschnitten ist?

## Anwendungstechnische Effekte

---

- Verstärkung und Kratzfestigkeit
- AEROSIL® – ein einfaches Verdickungsmodell
- Fließfähigkeit und Antibackung
- Transparenz
- Hitzestabilisierung

Einleitung

Herstellung

Eigenschaften

Produkte

Anwendungstechnische Effekte

Qualität und Produktsicherheit

Handhabung und Verfügbarkeit

Anhang

# 5. Anwendungstechnische Effekte

Neben der Herstellung von AEROSIL® sorgen unsere Spezialistenteams in Forschung und Entwicklung für eine kontinuierliche Weiterentwicklung der Produkte. Sie stehen wiederum in engem Kontakt mit den Teams der Anwendungstechnik, um kundenspezifische Lösungen zu erarbeiten. Viele spezielle Anwendungen finden Sie in Tabelle 2 auf Seite 10.

## 5.1 Verstärkung und Kratzfestigkeit

Bei der Verwendung von AEROSIL® als Verstärkerfüllstoff in Elastomeren lassen sich die mechanischen Eigenschaften der Siliconvulkanisate wie z.B. Zugfestigkeit, Bruchdehnung und Weiterreißwiderstand nachhaltig verbessern.

In erdbebensicheren Fundamenten spielen Siliconkautschuke mit AEROSIL® als aktive Verstärkerkomponente eine wichtige Rolle. Die in Japan entwickelte Technologie, Siliconkautschuke als wichtigen Bestandteil der Fundamente einzusetzen, verleiht den Gebäuden in besonders gefährdeten Regionen

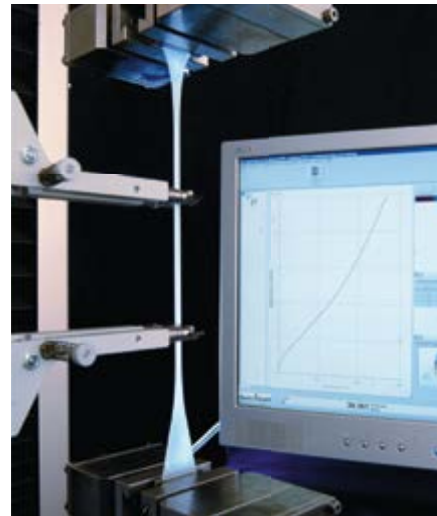
selbst bei starker mechanischer Beanspruchung einen zusätzlichen Schutz vor Beschädigungen durch Erdbeben. In einem speziellen Verfahren werden hier herkömmliche Baustoffe mit zuvor exakt berechneten Schichten des Siliconkautschuks kombiniert.

RTV-2K-Siliconkautschuke werden in dieser Anwendung nicht nur als Dichtstoffe eingesetzt, sondern verleihen dem Fundament auch bei niedrigen und hohen Temperaturen besondere Elastizität.



Abbildung 76

AEROSIL® wird als Verstärkerkomponente in Siliconkautschuk-Produkten für erdbebensichere Fundamente eingesetzt



Zugprüfmaschine zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften wie z. B. Zugfestigkeit, Bruchdehnung und Weiterreißwiderstand von Siliconvulkanisaten



### Weitere typische Einsatzgebiete

- Flüssigkautschuk (LSR)
- hochtemperaturvernetzter Kautschuk (HTV)
- Raumtemperatur vulkanisierender Siliconkautschuk (RTV)
- Fluorelastomere
- Naturkautschuk (NK)
- Styrol-Butadien-Kautschuk (SBR)

In der vorliegenden Schriftenreihe Fine Particles geht die Schriftenreihe Nr. 63 „AEROSIL® Fumed Silica and SIPERNAT® in sealants“ detailliert auf diese Anwendungen ein.

Die Grundlagen der Verstärkung sind auf Wechselwirkungen mit Silanolgruppen bzw. auf die radikalische Spaltung von Si-Methylbindungen und die Einbeziehung der Fragmente in das Polymer zurückzuführen. In Lacksystemen wird mit AEROSIL® bereits bei einer niedrigen, für die Rheologiesteuerung ausreichenden Konzentration, eine signifikante mechanische Verstärkung der Lackfilme hervorgerufen.

AEROSIL® bewirkt einen Anstieg der Glasumwandlungstemperatur der Beschichtungen. Diese Verstärkerwirkung zeigt sich auch in einer Erhöhung des Schub- und E-Moduls. Als Ursache für diese Effekte wird angenommen, dass durch eine starke adsorptive Bindung der Bindemittelmoleküle an die AEROSIL® Oberfläche die Beweglichkeit der Polymerkettensegmente erheblich eingeschränkt wird.

Für moderne Lacksysteme spielt, neben bekannten mechanischen Eigenschaften, die Kratzfestigkeit oft eine zentrale Rolle. Hierzu wurde eine neue Generation pyrogener Kieselsäuren entwickelt, die eine signifikante Verbesserung der Kratzfestigkeit von UV-härtenden, High-Solid- und konventionellen lösemittelhaltigen 2K-Systemen ermöglichen. Durch die Kombination einer chemischen und mechanischen Nachbehandlung haben diese so genannten strukturmodifizierten AEROSIL® Produkte nur noch einen minimalen Einfluss auf die Rheologie der Lacksysteme. Folglich können Mengen bis zu 10 Gew.%, berechnet auf den Festkörper des Systems, eingearbeitet werden, ohne einen signifikanten Viskositätsanstieg zu verursachen. Die erhöhte Eintragsmenge des AEROSIL® R 9200 bewirkt eine deutliche Zunahme der mechanischen Stabilität gegen Kratzer.

Neben den bekannten Typen AEROSIL® R 7200 und AEROSIL® R 8200 ist auch AEROSIL® R 9200 für UV-härtende, High-Solid- und konventionelle lösemittelhaltige 2K-Systeme erfolgreich in den Markt eingeführt worden.

AERODISP® 1030 ist eine 30%ige Dispersion von AEROSIL® R 9200 in 1-Methoxy-2-propylacetat (MPA). Diese benutzerfreundliche Dispersion bietet dem Anwender eine Reihe von Vorteilen. Neben einer signifikanten Verbesserung der Kratzfestigkeit von UV-härtenden, High-Solid- und konventionellen lösemittelhaltigen 2K-Klarlacksystemen werden optimale optische Lackeigenschaften erzielt.

## 5.2 AEROSIL® – ein einfaches Verdickungsmodell

Bei den meisten Lösemitteln bzw. Dispergiermitteln gleiten die Moleküle, bedingt durch ihre relativ kleine Größe beim Fließen mit einem relativ geringen Kraftaufwand aneinander vorbei, d.h. die innere Reibung ist nur gering, sie sind „wasserdünn“. Diese Systeme haben also in der Regel eine nur geringe Viskosität.

In AEROSIL® haltigen Dispersionen, bei denen offene fraktale Aggregatstrukturen mit einer hohen Raumerfüllung vorliegen, bilden sich in Abhängigkeit der Oberflächenchemie Assoziate und Netzwerkstrukturen. Die Fließkurven solcher Systeme sind daher recht komplex. Als Folge der Netzwerkbildung können beispielsweise schwere Pigmente in Schweben gehalten werden, und an senkrechten Flächen wird eine „flüssige“ Dispersionsschicht am Abfließen gehindert. Solche Effekte sind mit reinen „Verdickern“ in der Regel nicht effektiv einstellbar.

Für ein einfaches Verdickungsmodell von AEROSIL® ist es notwendig und hinreichend zwei Eigenschaften zu betrachten, die sich allerdings beide gleichzeitig in geeigneter Form ergänzen müssen:

Zum einen ist das eine bevorzugte Aggregatgröße von circa 100 bis wenige hundert Nanometer und zum anderen sollte die Oberflächenchemie gleichzeitig der Gestalt sein, dass die Aggregate entweder untereinander oder mit anderen Füllstoffen wie Pigmenten, Additiven, Harzen, Lösemitteln etc. in der Lage sind, entweder über Wasserstoffbrückenbindungen oder Van-der-Waals-Kräfte, Netzwerkstrukturen aufzubauen (siehe Abbildung 77).

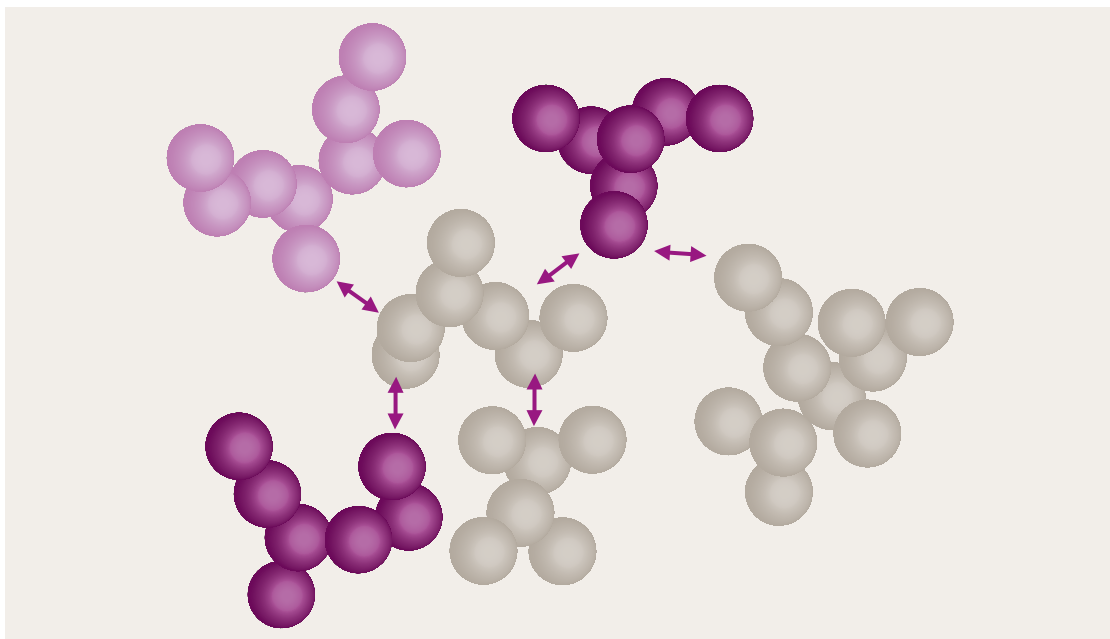


Abbildung 77: Maßgeschneiderte AEROSIL® Aggregat-Strukturen in Verbindung mit der „richtigen“ Oberflächenchemie (symbolisiert durch die Pfeile) sind wichtige Kriterien bei der Rheologiesteuerung mit AEROSIL®

Idealerweise passen die sterischen und elektronischen Gegebenheiten der AEROSIL® Type nach dem Schlüssel-Schloss-Prinzip zu der Kundenformulierung. Beispielsweise sind polare Lacksysteme, die unpolare und polare Bereiche aufweisen, oft gut mit AEROSIL® R 805 rheologisch einstellbar, da diese funktionalisierte Kieselsäure ebenfalls polare und unpolare Bereiche mit der richtigen Struktur zur Verfügung stellen kann. Polare Wechselwirkungen sollten effektiv über Wasserstoffbrückenbindungen mit den freien Silanolgruppen und unpolare Wechselwirkungen über Van-der-Waals-Wechselwirkungen beispielsweise mit Beteiligung der Methylengruppen der Silanreste (bei hydrophoben AEROSIL® Typen) aufgebaut werden.

Die Bedeutung der Struktur und damit der Größe der AEROSIL® Aggregate lässt sich allein aus der Tatsache ableiten, dass beispielsweise Kieselsäuresole, die eine Teilchengröße von wenigen Nanometern aufweist, selbst bei einem Füllgrad bis ca. 50 Gew.-% kaum eine nennenswerte Verdickungswirkung zeigen. Andererseits kann AEROSIL® selbst bei einer Aggregatgröße von > 100 nm zu recht transparenten Systemen führen. Bei den Aggregaten handelt es sich nämlich nicht um Vollkugeln aus SiO<sub>2</sub>, sondern sie bestehen im Wesentlichen aus dem Dispersionsmittel, das in das fraktale AEROSIL® Gerüst eingelagert ist. Folglich wird das Licht an einem Aggregat mit entsprechend ausgemittelter Brechzahl gestreut. Diese wird recht nahe an die Brechzahl des reinen Dispersionsmittels heranreichen, was eine geringe Streuwirkung der AEROSIL® Dispersion bedingen kann.

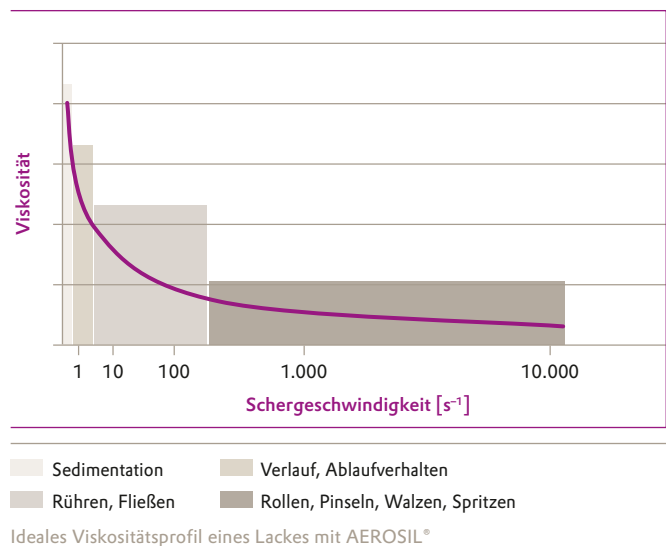
## 5.2.1 Rheologiesteuerung

AEROSIL® ist in zahlreichen Anwendungen ein vielseitiger Problemlöser, wenn es um Rheologiesteuerung geht. Um die Anwendungsbreite zu demonstrieren sollen hier exemplarisch Farben und Lacke, UP- und EP-Harze, Pasten, Resists, Blutfraktionierung, wartungsfreie Batterien, Bohrspülflüssigkeit, Diamantsuspensionen und Öl- und Wasser-Emulsionen erwähnt sein.

Im Folgenden wird beispielhaft auf die Rheologie von Lacken eingegangen, da diese für eine erfolgreiche Anwendung von entscheidender Bedeutung ist:

Unter geringer mechanischer Belastung, also während der Lagerung oder während des Transports, sollte die Viskosität eines Lackes hoch sein, um ein Absetzen der Pigmente oder Füllstoffe zu verhindern. Unter hoher mechanischer Belastung, wie sie beim Spritzen auftritt, sollte sie dagegen gering sein, um eine einwandfreie Applikation zu gewährleisten. Sobald der Lack auf dem Substrat haftet, sollte sich wieder die ursprüngliche Viskosität einstellen, um ein Abflauen zu verhindern (siehe Abbildung 78).

Abbildung 78



## 5.2.2 Thixotropie

Im Allgemeinen erzeugt AEROSIL® eine Strukturviskosität, die mit einer mehr oder weniger ausgeprägten Thixotropie verbunden ist. Strukturviskosität bedeutet, dass die Viskosität einer Flüssigkeit von der Schergeschwindigkeit bzw. Schubspannung, d.h. von der Kraft abhängig ist, die parallel zum „Substrat“ auf den Lackfilm einwirkt. Bei hoher Schubspannung wird eine niedrige Viskosität beobachtet, die ansteigt, wenn die Schubspannung erniedrigt wird. Nimmt die Viskosität einer Flüssigkeit zusätzlich mit der Dauer der Scherzeit bei gleich bleibender Scherintensität ab, spricht man von Thixotropie [35, 36, 37]. Beide Effekte beeinflussen die Applikationseigenschaften eines Lackes.

Durch eine niedrige Viskosität bei hohen Schubspannungen ist eine gute Applikation gewährleistet, insbesondere beim Spritzen. Die hohe Viskosität der Lacke bei kleinen Schubspannungen oder auch in Ruhe sorgt dafür, dass der Lack nicht an senkrechten Flächen abläuft und die maximal erreichbare Naßfilmdicke durch den Einsatz von AEROSIL® deutlich erhöht werden kann. Allerdings muss manchmal ein Kompromiss zwischen dem Ablaufverhalten des Lackes und der Selbstnivellierung der Lackoberfläche geschlossen werden, obwohl die Selbstnivellierung in erster Linie von der Oberflächenspannung abhängt, die von AEROSIL® meist nur wenig beeinflusst wird.

Wird AEROSIL® eingesetzt, ist grundsätzlich eine intensive Dispergierung nötig. Im Allgemeinen ist es sinnvoll, eine Stampfpaste oder eine Anreibung aus einem Teil des Bindemittels, der Lösemittel und, wenn möglich, der Pigmente herzustellen. Eine gute Dispergierung ist in Abhängigkeit der Ausgangsviskosität des Systems durch die Verwendung eines Dissolvers, eines Rotor-Stator-Aggregats, wie einem Ultra Turrax® oder einer Kady-Mill, eines Skandex-Mixers, einer Perlmühle oder einer Kugelmühle gewährleistet. In manchen Fällen haben auch Düsenstrahldispergatoren hervorragende Ergebnisse gezeigt.

## 5.2.3 AEROSIL® als Schwebemittel

Während der Produktion und Lagerung von Dispersionen und Zubereitungen wie beispielsweise in Lacken und Farben wird hydrophiles und hydrophobes AEROSIL® sowohl als Dispergierhilfe als auch zur Stabilisierung von Pigmenten und Füllstoffen eingesetzt. Es kommen dabei offensichtlich zwei Effekte zum Tragen. Die AEROSIL® Partikel bilden eine Art Hülle um die Pigmentpartikel, die eine Reagglomeration verhindert. Gleichzeitig verhindert oder vermindert die durch AEROSIL® erhöhte Viskosität und die dadurch bedingte Fließgrenze des Lackes die Sedimentation der Pigmente und Füllstoffe.



Abbildung 79

Erhöhung der Ablaufsicherheit bei Spritzapplikation (55 µm Trockenfilmdicke)

ohne AEROSIL®

0,3% AEROSIL® R 812 S

Weißer 2-K-PUR Decklack auf Basis ölfreier, gesättigter Polyester/Isocyanat (High Solids)

Mit großem Erfolg werden silikatische Füllstoffe wie auch Mattierungsmittel aus Siliciumdioxid mit AEROSIL® R 972 in Schweben gehalten. In dieser Anwendung werden im Allgemeinen Zusatzmengen von 0,3 – 0,5 %, berechnet auf die Gesamtformulierung, eingesetzt. Es können aber auch spezifisch schwere Pigmente in Schweben gehalten werden. Ein Beispiel dafür ist der Einsatz von AEROSIL® R 972 oder AEROSIL® R 805 in Korrosionsschutzfarben, wie Zinkstaubfarben oder Eisenglimmerfarben. Auch in elektrisch leitfähigen Beschichtungen, die Metallpulver oder Metallflakes enthalten, findet hydrophobes AEROSIL® Verwendung. Wenn Metallflakes die leitfähige Komponente darstellen, ist AEROSIL® R 805 der Vorzug zu geben, da es trotz des ausgeprägten Schwebeneffekts die lamellare Ausrichtung nicht negativ beeinflusst. Wenn es trotz der Verwendung von AEROSIL® zu einem Absetzen kommt, wird die Bildung eines festen Sediments verhindert und eine leichte Aufrührbarkeit ist damit gewährleistet.



Abbildung 80: Separation nach 8 Wochen Lagerung bei Raumtemperatur  
Links: ohne AEROSIL®, rechts: 0,8% AEROSIL® R 972  
Wasserbasierter Füller auf Basis PUR-Dispersion/Melaminharz

### 5.3 Fließfähigkeit und Antibackung

Die Verfahrensschritte Dosierung, Trocknung, Förderung, Abfüllung und weitere Prozesse des Pulverhandlings gehören zum Tagesgeschäft der chemischen, pharmazeutischen und der Futtermittel- und Lebensmittelindustrie.

Probleme wie verstopfte Filter, Düsen oder Mühlen sowie eine ungenaue Dosierung, verursacht durch verbackene und schlecht fließende Pulver, erschweren die Prozesse und können zu unerwünschten Stillstandzeiten.

Die Folgen sind erhöhte Kosten durch Produktionsausfall oder auch auftretende, schwankende Produktqualitäten, die direkt vom Kunden festgestellt und zu erhöhten Reklamationsraten bis hin zum Verlust des Kunden führen können.

Neben gefällten Kieselsäuren (SIPERNAT®) tragen insbesondere auch pyrogene Kieselsäuren wie die AEROSIL® Produkte zu einer optimal eingestellten

Fließfähigkeit von Pulvern bei und gewährleisten eine effektive, industrielle Verarbeitung von pulverförmigen Produkten. Gleichzeitig wirkt sich ein verbessertes Antiback-Verhalten positiv auf die Lagerung und den Transport der Endprodukte, auch unter unterschiedlichen klimatischen Bedingungen, aus.

Die Gründe für Verbackung von Pulvern oder deren schlechte Fließfähigkeit sind vielfältig und können u. a. von den folgenden Faktoren abhängen:

- Van-der-Waals-Kräfte zwischen den Teilchen (siehe Abbildung 81)
- Flüssigkeitsbrücken zwischen den Partikeln
- Plastizität der Teilchen
- Partikelgestalt
- Partikelgröße
- Elektrische Ladungen

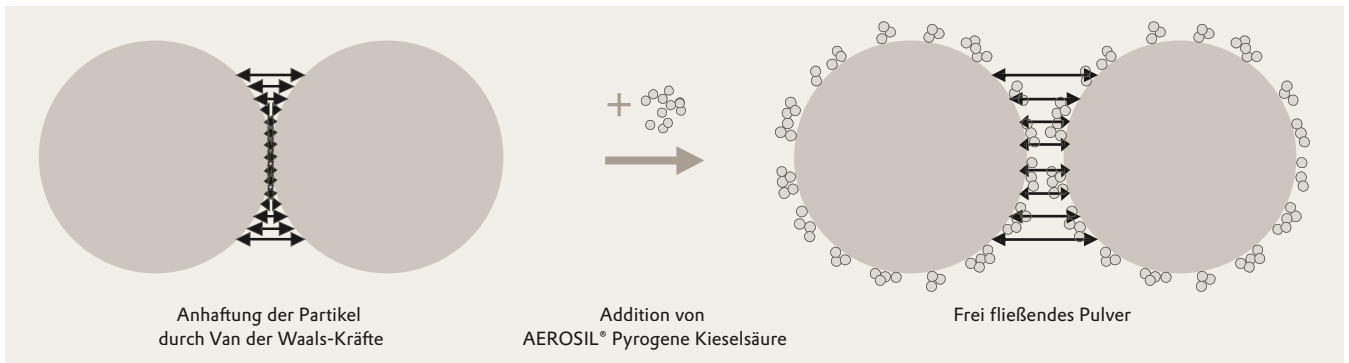


Abbildung 81: AEROSIL® bedeckt die Pulveroberfläche und wirkt als Platzhalter

So sind z.B. bei Gewürzen Eigenschaften wie der Erhalt der Farbtintensität und die gute Rieselfähigkeit ohne große Agglomerate für die Handhabung beim Kunden und Endverbraucher essentiell. Diese gewünschte hohe Qualität von Pulvern kann durch Mischung von AEROSIL® Produkten zu den Gewürz-pulvern u. a. während des Mahlvorganges erreicht werden.

Weitere Hinweise über die Wirkungsweise der Kieselsäuren auf die oben genannten Faktoren erhalten Sie in unserer Technischen Information [38] „SIPERNAT® Speziale Kieselsäure und AEROSIL® pyrogene Kieselsäure als Fließhilfsmittel und Anti-backmittel“ sowie in zusätzlichen Broschüren zu Spezialanwendungen wie zu Gewürzen und Würzmittel [39], Zucker und Zuckeralkoholen [40], Getränkepulver [41] und weiteren interessanten, industriellen Anwendungen.



Abbildung 82: Fließfähigkeit von Chilipulver:  
Links ohne Fließhilfsmittel, rechts mit 2% AEROSIL® 200 F

## 5.4 Transparenz

Silikonkautschuk ist dank AEROSIL® farblos und hochtransparent. Diese Eigenschaften haben diesem Werkstoff schon aus ästhetischen Gründen eine große Anwendungsvielfalt beschert. Siliconkautschuk lässt sich praktisch in jeder Farbe einfärben, aber auch hochtransparente Formulierungen werden im Handel angeboten. Diese werden für medizinische Zwecke, wie z.B. Schläuche und Katheter, aber auch für Produkte des täglichen Gebrauchs, wie z.B. Babysauger oder Taucherbrillen bevorzugt.

Die Transparenz wird im Wesentlichen von zwei Faktoren beeinflusst: der Teilchengröße der Kieselsäure und der Brechzahl des Polymers bzw. des Füllstoffes.

Für hochtransparente Siliconsysteme eignen sich Typen von AEROSIL® mit einer relativ hohen Oberfläche besonders gut. Aber auch durch Modifikation der Kieselsäure mit Silanen oder Siliconöl kann die Brechzahl von Kieselsäuren an die von Siliconkautschuk angenähert und so die Transparenz des Siliconsystems nachhaltig verbessert werden.

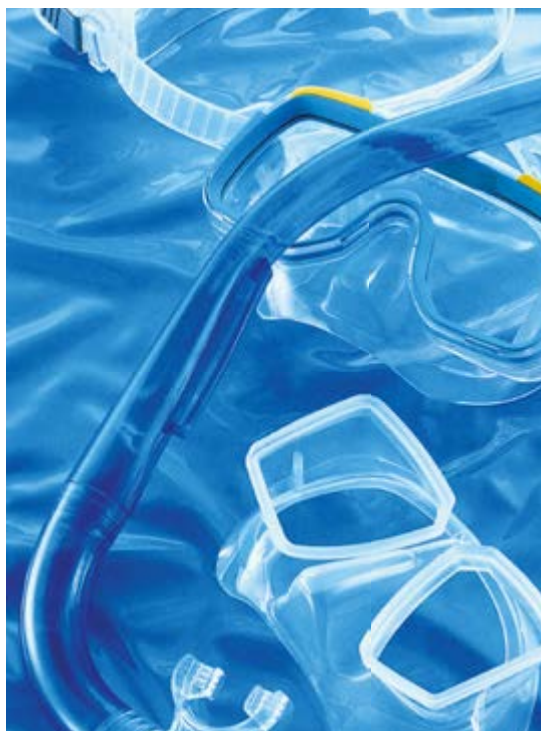


Abbildung 83: Hochtransparente Taucherbrillen und Schnorchelmundstücke aus HTV-Silikonkautschuk

## 5.5 Hitzestabilisierung

Silikonkautschuke gehören zu den Elastomeren, deren physikalische und mechanische Eigenschaften weitgehend unabhängig von der Temperatur sind. Der Grund für die hohe Temperaturbeständigkeit ist in dem stabilen O-Si-O Gerüst zu sehen. Ein thermischer Abbau der Polymere findet erst ab Temperaturen über 200 °C statt. Die thermische Zersetzung von Silicon verläuft unter Gewichtsverlust, die

Methylgruppen werden oxidativ abgespalten, bis letztendlich nur SiO<sub>2</sub> zurückbleibt. Zur Verbesserung der Hitzestabilität von Siliconkautschuk hat sich der Zusatz von 0,5 – 5 % AEROXIDE® TiO<sub>2</sub> P 25 oder 0,5 – 3 % AEROXIDE® TiO<sub>2</sub> PF 2 bewährt. Als Wirkmechanismus wird vermutet, dass diese Metalloxide die Rekombination gebildeter Radikale begünstigen.

# Sie verlangen Qualität, die nicht nur auf dem Papier steht?

## Qualität und Produktsicherheit

---

- Qualitätskontrolle
- Umweltverhalten
- Toxikologie und Arbeitshygiene
- Entsorgung
- Rechtliche Aspekte in Deutschland
- Registrierungsstatus von AEROSIL® Produkten



Einleitung

Herstellung

Eigenschaften

Produkte

Anwendungstechnische Effekte

Qualität und Produktsicherheit

Handhabung und Verfügbarkeit

Anhang

# 6. Qualität und Produktsicherheit

## 6.1 Qualitätskontrolle

Alle AEROSIL® Produkte werden weltweit nach strengen Qualitätsstandards hergestellt und deren Einhaltung bei Evonik aufwendig überwacht. U.a. sind sämtliche Produktions-, aber auch Forschungs- und Anwendungsstandorte nach dem ISO 9001 Qualitätsmanagementsystem zertifiziert. Regelmäßige externe und interne Audits sowie die systematische Weiterentwicklung einer stetigen Verbesserung der Qualität unserer Produkte, Services und Prozesse unterstützt die Einhaltung der hohen Qualitätsstandards.

Jeder Rechnungsempfänger erhält via SAP ein Qualitätsdokument über sein geliefertes Produkt und die vereinbarten Produktspezifikationen. Zur Auslieferung der Produkte an die Kunden erfolgt zuvor die Freigabe im Qualitätskontrolllabor des Produktionswerkes durch Prüfungen zur Einhaltung der Spezifikationsgrenzen.

Sämtliche Analysedaten werden in einem LaborInformationsManagementSystem (LIMS) gespeichert.

Ebenso werden diese analytischen Daten regelmäßig in einer statistischen Qualitätskontrolle (SQC)

evaluiert. Dabei werden neben Mittelwert  $\mu$  und Standardabweichung  $\sigma$  der  $C_p$ - und  $C_pK$ -Wert ermittelt. Diese Prozessfähigkeits Indizes  $C_p$  und  $C_pK$  sind Kennzahlen zur statistischen Bewertung eines Prozesses in der Produktionstechnik. Sie geben an, wie sicher die laut Spezifikation vorgegebenen Ziele erreicht werden.

Während der  $C_p$ -Wert nur das Verhältnis der vorgegebenen Toleranz zur Prozessstreuung angibt, beinhaltet der  $C_pK$ -Wert auch die Lage des Mittelwertes zur vorgegeben Toleranzmitte. Daher ist der  $C_pK$ -Wert stets kleiner oder gleich dem  $C_p$ -Wert [42].

In Abbildung 84 sind vier Verteilungen von Messwerten relativ zu den Spezifikationsgrenzen dargestellt. Die zugehörigen  $C_p$ - und  $C_pK$ -Werte sind angegeben.

Es wird allgemein angestrebt, für alle Produkte einen  $C_p$ - und  $C_pK$ -Wert von mindestens 1 oder höher zu erhalten. Dies bedeutet, dass mindestens 99,73% der produzierten Menge bezüglich des betrachteten Qualitätsmerkmals spezifikationsgerecht sind.

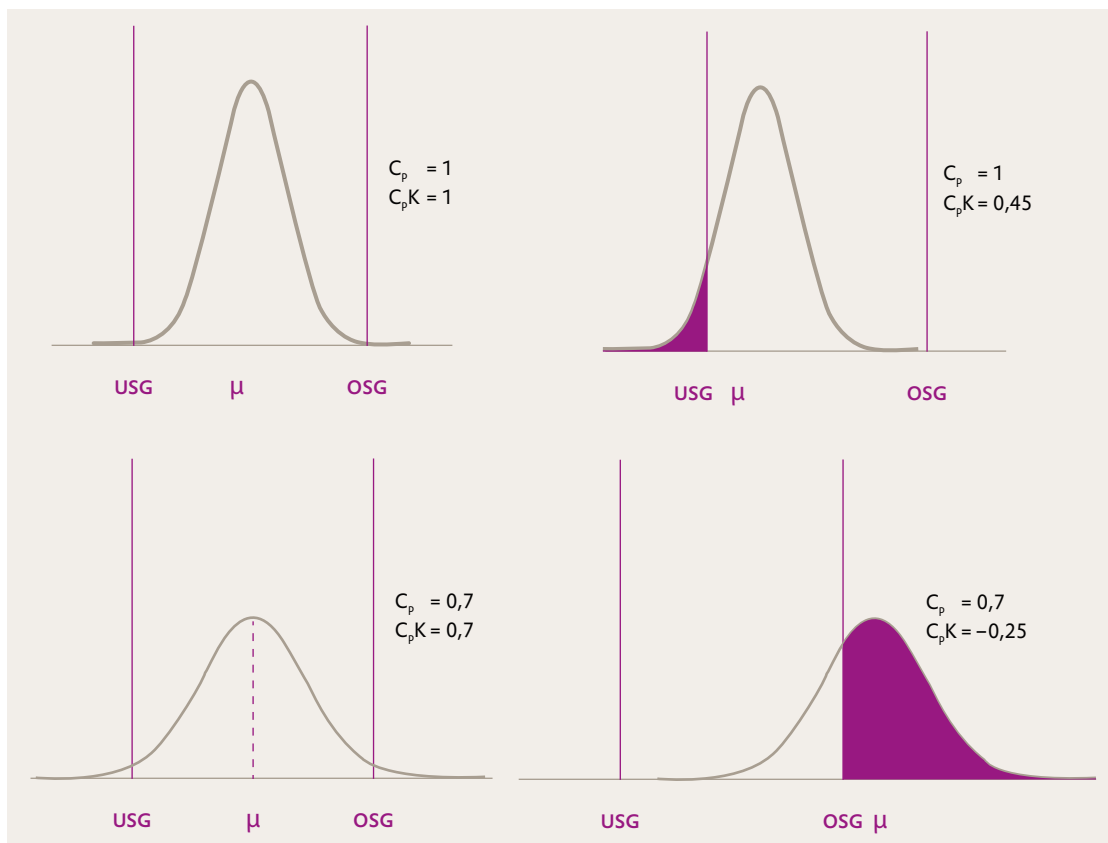


Abbildung 84: Beispiele für Prozessfähigkeits-Indizes  
USG = Untere Spezifikationsgrenze  
OSG = Obere Spezifikationsgrenze

## 6.2 Umweltverhalten

Siliciumdioxid ist einer der in der Natur am häufigsten vorkommenden Stoffe und aufgrund seiner Härte, sowie seiner chemischen Stabilität und UV-Beständigkeit besonders verwitterungsbeständig. Es bildet als Teil von Silikaten oder Tonmineralien den Hauptbestandteil der Erdkruste und somit auch die häufigste Siliciumverbindung. Nichtkristallines amorphes Siliciumdioxid ist ein wesentlicher Bestandteil in Skeletten von Radiolarien, Diatomeen und Schwämmen. Synthetisch amorphe Kieselsäure ist ein inerter, fester anorganischer Stoff. In der Umwelt wird er sich im Sediment oder Boden ablagern und kann durch Verwitterungsprozesse als Kieselsäure in den natürlichen Siliciumdioxid Kreislauf eingehen.

Siliciumdioxid ist in Wasser nur schwach und langsam löslich. Die Bioverfügbarkeit für aquatische Organismen ist daher gering. Amorphes Siliciumdioxid zeigte auch bei sehr hohen Konzentrationen (1000 oder 10000 mg/l) im akuten Fisch- und

Daphnien-Test nach OECD Standard keine schädigenden Effekte. Aufgrund der physikalisch-chemischen Eigenschaften und der geringen akuten Ökotoxizität sind chronische Effekte und eine Anreicherung in Organismen nicht zu erwarten. Siliciumdioxid ist ein anorganischer Stoff und wird nicht weiter von Mikroorganismen abgebaut. Die international gültigen, standardisierten Vorschriften zur Bestimmung der biologischen Abbaubarkeit (z.B. OECD-, EEG-Richtlinien) sind nur für organische Substanzen anwendbar.

Von der Kommission zur Bewertung wassergefährdender Stoffe wurde synthetisch amorphe Kieselsäure als nicht wassergefährdend eingestuft (KBwS-Nr.: 849). Siliciumdioxid ist in der sogenannten PLONOR (Pose Little or No Risk to the Environment) Liste enthalten. Die gelisteten Stoffe werden von der OSPAR Kommission zum Einsatz in See- und Küstengewässern empfohlen.

## 6.3 Toxikologie und Arbeitshygiene

Synthetisch amorphe Kieselsäuren vom Typ AEROSIL®, die durch Flammhydrolyse hergestellt werden, sind durch das Fehlen von kristallinen Bestandteilen charakterisiert. Als Bestimmungsmethoden werden Elektronenbeugung kombiniert mit Transmissions-Elektronen-Mikroskopie und Röntgenbeugungsmethode herangezogen. Die Nachweisgrenze dieser Methode ist kleiner 0.05 Gewichtsprozent. Daher wird die synthetisch amorphe Kieselsäure von Evonik als komplett amorph angesehen.

Synthetisch amorphe Kieselsäure wird in Produkten und Prozessen eingesetzt und führt bei Verabreichung weder auf dem oralen noch auf dem dermalen Weg zu akut toxischen Symptomen. Untersuchungen zur Bewertung der Toxizität bei Haut- bzw. Augenkontakt zeigen, dass synthetisch amorphe Kieselsäure Augen und Haut nicht reizt, jedoch ist bekannt, dass chronischer Hautkontakt zur Austrocknung oder zu generativen Ekzemen führen kann. Diese Reaktionen lassen sich durch intensiven Hautschutz bzw. Pflege vermeiden. Aus den Daten arbeitsmedizinischer Untersuchungen in den Jahrzehnten der Herstellung und Nutzung ergaben sich keine Anhaltspunkte für ein sensibilisierendes Potential. Es wurde über

keinen Fall einer Kontaktallergie berichtet. Synthetisch amorphe Kieselsäuren haben keine erbgutverändernde Wirkung. Es wurden keine teratogenen Effekte beobachtet. Nach wiederholter oraler Aufnahme wurden keine behandlungsbedingten Effekte festgestellt.

In Inhalationsstudien führte keine der untersuchten synthetisch amorphen Kieselsäuren zu bleibenden Veränderungen in der Lunge oder fortschreitenden, mit einer Silikose vergleichbaren Schäden. In vielen epidemiologischen Studien an chronisch exponierten Beschäftigten wurden keine Hinweise auf eine Silikose gefunden. Die verfügbaren Daten geben keine Hinweise auf Lungenkrebs oder andere nachhaltige Atemwegserkrankungen. Nach allen vorliegenden Daten sind synthetisch amorphe Kieselsäuren bei Einhaltung geltender Grenzwerte offensichtlich nicht gesundheitsschädlich. In verschiedenen Ländern gibt es Expositionsgrenzwerte am Arbeitsplatz für synthetisch amorphe Kieselsäure. Die genauen Werte sind den jeweiligen aktuellen Sicherheitsdatenblättern zu entnehmen. Gegebenenfalls ist eine wirksame Objektabsaugung durchzuführen oder es sind Staubmasken zu tragen.

## 6.4 Entsorgung

---

Sämtliche AEROSIL® Typen sind ökologisch weitgehend unbedenklich. Ein Einfluss auf das Grundwasser ist nicht gegeben, zumal Kieselsäure in gelöster Form häufig im Trinkwasser enthalten ist. Bei der Beseiti-

gung von AEROSIL® sowie AEROSIL® haltiger Abfälle müssen die örtlich gültigen Abfallbeseitigungsgesetze und -vorschriften beachtet werden. Bei der Entsorgung ist jegliche Staubbildung zu vermeiden.

## 6.5 Rechtliche Aspekte

---

Es stehen AEROSIL® Produkte zur Verwendung als Zusatzstoffe in Lebens- und Futtermitteln, Lebens-

mittelbedarfsgegenständen, Spielzeugen, Kosmetika oder Pharmazeutika zur Verfügung.

## 6.6 Registrierungsstatus von AEROSIL® Produkten

---

Detaillierte Informationen zum Registrierungsstatus von AEROSIL® Produkten werden gerne auf Anfrage (E-Mail: [sds-im@evonik.com](mailto:sds-im@evonik.com)) zugesendet.

Diese können auch der Produktinformation ([www.AEROSIL.com](http://www.AEROSIL.com)) entnommen werden.



**Sie suchen einen weltweiten  
zuverlässigen Service, der  
weit über das Mindestmaß  
hinausgeht?**

## Handhabung und Verfügbarkeit

---

- Handhabung von AEROSIL®
- Verpackungen für AEROSIL®
- Lagerfähigkeit von AEROSIL®
- Sicherheitstechnik
- Liefersicherheit

Einleitung

Herstellung

Eigenschaften

Produkte

Anwendungstechnische Effekte

Qualität und Produktsicherheit

Handhabung und Verfügbarkeit

Anhang

# 7. Handhabung und Verfügbarkeit

## 7.1 Handhabung von AEROSIL®

In einer Zeit, in der Automatisierung, Rationalisierung aber auch Gewerbehygiene immer wichtiger werden, bekommt die Handhabung von AEROSIL® eine zentrale Bedeutung. Evonik hat seine Aktivitäten diesbezüglich in den letzten Jahrzehnten zum Schutz der Arbeitnehmer und zur Erfüllung von Umweltauflagen kontinuierlich ausgebaut.

Der Begriff „Handhabung“ beschreibt die Techniken, die notwendig sind, um die gelieferten Produkte im Betrieb des Kunden zu bewegen. Hierbei sind die folgenden Themen als Schwerpunkte anzusehen:

- Gebindeentleerung
- Silierung
- Innerbetriebliche Förderung
- Dosierung
- Einbringen des Materials in die Verarbeitungsmaschinen des Kunden

Zudem fallen unter den Oberbegriff „Handhabung“ Themen, die zur Ausführung der oben genannten Schritte notwendig sind:

- Filtertechnik
- Füllstandsmesstechnik
- Wägetechnik
- Austragstechnik

Grundsätzlich ist Evonik bestrebt, Kunden bei handhabungstechnischen Problemen oder Neuplanungen möglichst zeitnah zur Verfügung zu stehen. Die hier beschriebenen Serviceleistungen bietet Evonik bei bestehenden Geschäftsverbindungen weltweit kostenlos an. Art und Umfang der Beratung hängen von der Fragestellung des Kunden (Projektumfang) ab.

Um Themen der Handhabung von AEROSIL® zu erarbeiten und zu optimieren, hat Evonik im Industriepark Wolfgang in Hanau ein Handhabungstechnikum eingerichtet, siehe Abbildung 85. Dieses Technikum steht auch für Kunden für Demonstrationen und für Versuche zur Handhabung zur Verfügung. Die meisten Handhabungsschritte können hier gezeigt werden. Darüber hinaus begleitet die Handhabungsabteilung in speziellen Fällen auch Versuche direkt im Betrieb des Kunden.

Um staubfreie und automatisierte Anlagen zu planen, ist die grundlegende Kenntnis unserer Produkte, zusammen mit verfahrenstechnischen Erfahrungen notwendig. Da diese Kombination bei Lieferanten entsprechender Maschinen und Anlagen nicht immer vorausgesetzt werden kann, beraten und unterstützen Techniker und Ingenieure der Handhabungstechnik die Kunden persönlich – entweder am Evonik Standort in Hanau oder bei Bedarf direkt beim Kunden. Sollte es sich als notwendig erweisen, können auch Versuche (z. B. zur pneumatischen Dichtstromförderung) in externen Technika (z. B. bei Anlagenherstellern) vereinbart werden.

Zusätzlich wurden grundlegende Informationen zur Handhabung der Produkte veröffentlicht, zum Beispiel in der Broschüre „Handhabung von synthetischen Kieselsäuren und Silikaten“ sowie eine Reihe von Technischen Informationen (TI) zu verschiedenen speziellen Themenkreisen.



Abbildung 85: Blick in das Handhabungstechnikum der Business Line Silica von Evonik in Hanau, Versand von AEROSIL® als Sackware, im FIBC und als Bulk-Ware



## 7.2 Verpackungen für AEROSIL®

### Standardverpackung

Die Standardverpackung für AEROSIL® ist der mehrlagige Papier-Ventilsack, der in einigen Fällen mit einer PE-beschichteten Lage ausgerüstet ist. Die Füllgewichte der Säcke, die sich je nach AEROSIL® Type und der entsprechenden Stampfdichte unterscheiden, liegen zwischen 10 kg und 20 kg (NAFTA auch 10 lbs).

### Flexible Intermediate Bulk Container (FIBC)

Als semi-bulk Verpackung bietet Evonik AEROSIL® in FIBC (Flexible Intermediate Bulk Container) an. Es handelt sich dabei um einen flexiblen Container aus Polypropylen-Bändchengewebe, der an den oberen Ecken Schlaufen zum Anheben besitzt. Der Entleerstützen befindet sich zentral im Boden und ist speziell auf das von Evonik entwickelte und patentierte Pulver-Entleer-System (PESy) zugeschnitten. Dieses Entleergerät wird unseren Kunden zur Verfügung gestellt, sodass eine einfache und staubfreie Entleerung des FIBC möglich ist. Je nach Produkt und Verdichtungsart können die Füllmengen variieren. Nähere Informationen hierzu finden Sie in der Technischen Information 1219 [43] „Semi-Bulk-Verpackung für AEROSIL“

### Silotransport

Für große Verbrauchsmengen ist die Lieferung von AEROSIL® in Silofahrzeugen möglich. Dies setzt jedoch beim Kunden ein ausreichend großes Lagersilo voraus. Die Liefermengen beim Siloversand sind abhängig von Verdichtungsgrad und Fahrzeugvolumen.

### Verpackungen für AERODISP® Dispersionen

Die AERODISP® Dispersionen werden in 60 kg Kanistern, 220 kg Fässern und im 1000 kg Intermediate Bulk Containern IBC geliefert. Die Gebinde werden in der kalten Jahreszeit während des Transports vollflächig mit einer metallisierten Luftpolsterfolie vor Kälte geschützt. Je nach Gebinde- und Versandart kann die Isolationsverpackung variieren.



## 7.3 Lagerfähigkeit von AEROSIL®

---

AEROSIL® ist chemisch weitgehend inert und wird sich unter geeigneten Lagerbedingungen auch in Jahrzehnten chemisch nicht verändern. Dabei wird vorausgesetzt, dass AEROSIL® nicht mit Fluorwasserstoffsäure oder starken Basen in Kontakt kommt, da diese Substanzen prinzipiell mit Siliciumdioxid reagieren.

Aufgrund des hochdispersen Charakters von AEROSIL® besteht die Gefahr der Adsorption von Dämpfen und/oder Gasen. Insbesondere bei Verbindungen mit Amin- oder Hydroxylgruppen können Wechselwirkungen mit den Silanolgruppen auftreten. Im Falle von Wasser ist die Adsorption reversibel. So kann der Trocknungsverlust von hydrophilem AEROSIL® mit steigender Luftfeuchtigkeit zunehmen und mit sinkender Luftfeuchtigkeit wieder abnehmen (s. hierzu auch Kapitel 3.4.3.2.1 Feuchtigkeitshaushalt bei Raumtemperatur). Bei hydrophobem AEROSIL® ist die Adsorptionsfähigkeit signifikant reduziert und die Feuchtigkeitsaufnahme deutlich geringer. Die beschriebenen Adsorptionsvorgänge können die anwendungstechnischen Eigenschaften des Produktes beeinflussen. Daher wird empfohlen, AEROSIL® immer fern von Kontaminations-Quellen zu lagern.

Die Lagertemperatur sollte 50 °C (Ausnahmen AEROSIL® R 7200, AEROSIL® R 805, AEROSIL® R 711: 35 °C) nicht überschreiten.

AEROSIL® hat bei einer Stampfdichte von 50 g/l eine Raumerfüllung von nur 3 %. Es ist nicht auszuschließen, dass sich das AEROSIL® bei längerer Lagerung, verdichtet. Dies kann zu einem Anstieg der Stampfdichte und zu einer Änderung der Struktur führen.

Obwohl entsprechend gelagertes AEROSIL® prinzipiell als langfristig lagerbar angesehen werden kann (keine Alterungs- oder Zersetzungsgefahr), empfehlen wir die oben erwähnten Produkte innerhalb von zwei Jahren nach Produktionsdatum zu verbrauchen. Das Produktionsdatum ist aus der Kontrollnummer ersichtlich, die auf jeden Sack aufgedruckt ist.

Nähere Informationen zur Lagerung von AEROSIL® können Sie der Technischen Information 1373 [44] „Lagerung von AEROSIL®“ entnehmen.

AERODISP® Dispersionen sollten vor Hitze und Frost geschützt gelagert und innerhalb von 6 bzw. 12 Monaten nach der Produktion verarbeitet werden. Das Produktionsdatum ist in der Kontrollnummer enthalten, welche auf jeder Verpackung aufgedruckt ist.

## 7.4 Sicherheitstechnik

AEROSIL® liegt in Pulverform vor. Lässt sich bei der Handhabung eine Staubentwicklung nicht vollständig vermeiden, wird eine Objektabsaugung empfohlen.

In Gegenwart hoher Staubkonzentrationen sollte eine Staubmaske mit Partikelfilter getragen werden (siehe Sicherheitsdatenblatt).

Bei der Verarbeitung von Kieselsäuren kommt es u. a. bei der Sackentleerung gelegentlich zu elektrostatischen Aufladungen. Zur Beseitigung eventuell auftretender Gefahren bei der Verarbeitung sollten daher Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladungen, wie z. B. Erdung und ggf. eine Inertisierung der Vorlage, getroffen werden. Nähere Informationen hierzu finden Sie in der Broschüre "Synthetische Kieselsäuren und Elektrische Aufladung".

Hydrophile, pyrogene synthetisch amorphe Kieselsäuren ( $\text{SiO}_2$ ) sind nicht brennbar. Eine Staubexplosion von reinem  $\text{SiO}_2$  ist daher nicht zu erwarten.

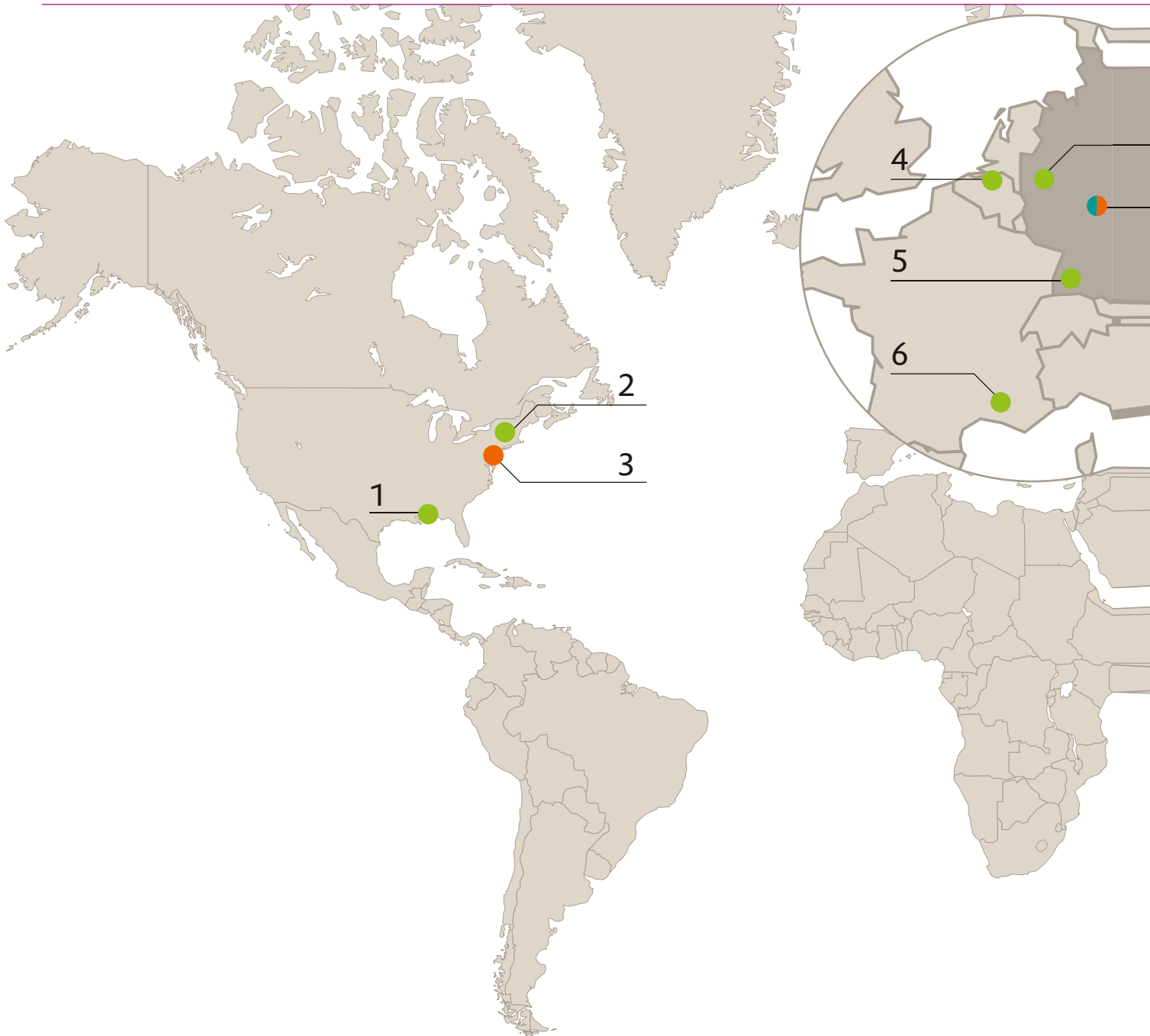
Hydrophobe synthetische amorphe Kieselsäuren sind oberflächenbehandelt und aufgrund ihres Anteils an organischen Substanzen auf der Oberfläche recht reaktiv. Daher kann es bei einigen AEROSIL® Typen zur Selbsterhitzung kommen. Diese volumenabhängige Reaktion ist z.B. bei AEROSIL® R 7200 und

bei AEROSIL® R 805 zu berücksichtigen. Dieser Sachverhalt ist bei der Auslegung von Produktionsanlagen und bei der Gestaltung von Lagern zu beachten. Nähere Informationen hierzu finden Sie im Sicherheitsdatenblatt und in der Technischen Information „Lagerung von AEROSIL®“, TI 1373. Darüber hinaus besteht bei einigen oberflächenbehandelten AEROSIL® Produkten, wie zum Beispiel bei AEROSIL® R 805, die Gefahr der Staubexplosion. Bei der Verwendung dieser Produkte sind demnach entsprechende Schutzmaßnahmen zu treffen. Nähere Informationen entnehmen Sie bitte dem Sicherheitsdatenblatt und der Technischen Information „Staubexplosionsschutz bei Handhabungsanlagen für oberflächenmodifiziertes AEROSIL®“, TI 1363. Dort finden Sie auch Angaben zu den, aus den Sicherheitskenndaten resultierenden Schutzmaßnahmen.

Um das bei Kontakt mit der Haut entstehende Trockenheitsgefühl auszuschließen, sollte die pyrogene synthetisch amorphe Kieselsäure mit Wasser abgewaschen und die Haut anschließend gecremt werden.

Verschüttetes Material sollte unter Staubvermeidung aufgenommen und in einem entsprechenden Behälter gesammelt werden.

## 7.5 Liefersicherheit



### ● Produktion

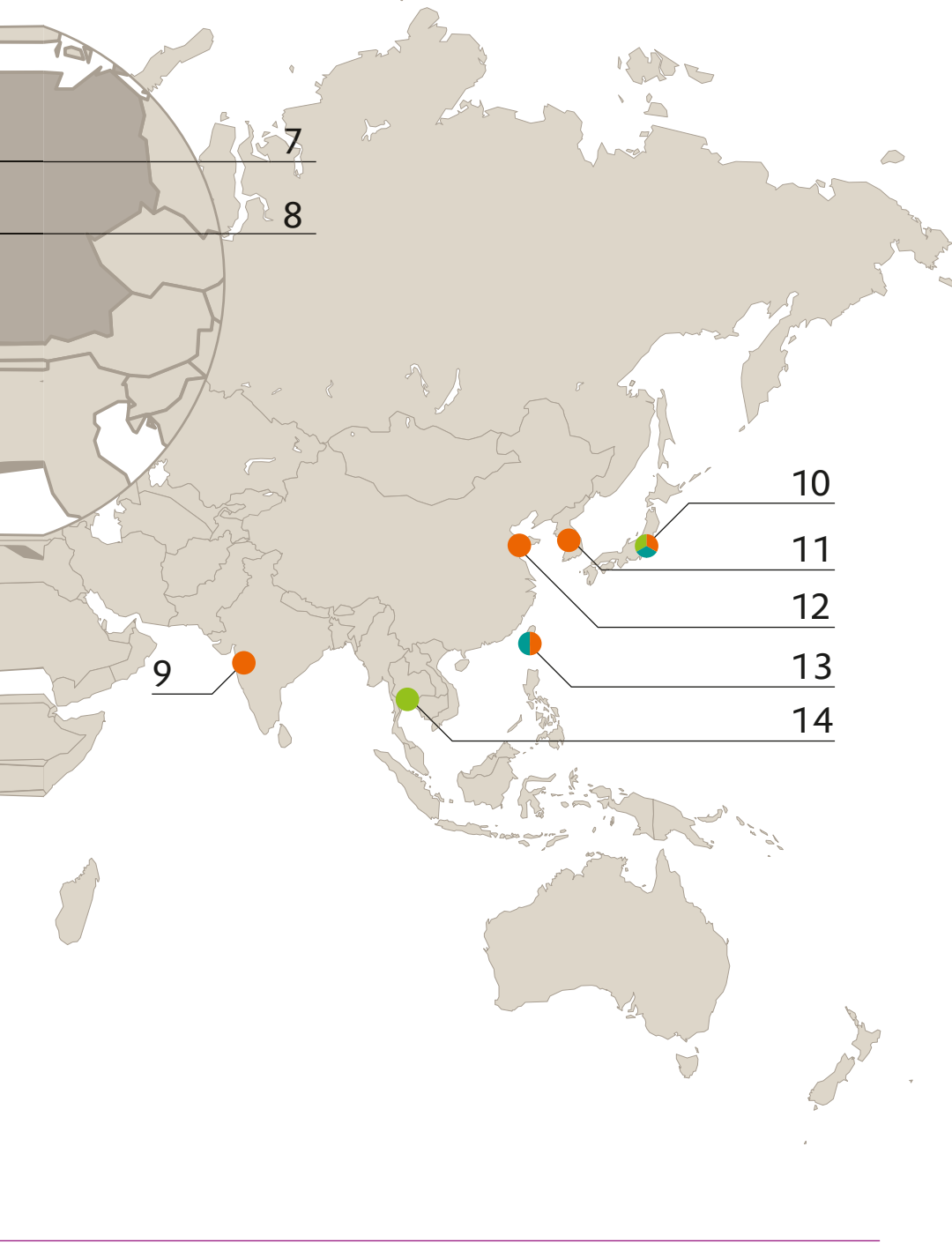
- 1 Mobile, USA
- 2 Waterford, USA
- 4 Antwerp, Belgien
- 5 Rheinfelden, Deutschland
- 6 Roussillon, Frankreich
- 7 Leverkusen, Deutschland
- 10 Yokkaichi, Japan
- 14 Maptaput, Thailand

### ● Forschung & Entwicklung

- 8 Hanau, Deutschland
- 10 Yokkaichi, Japan
- 13 Ta Yuan, Taiwan

### ● Anwendungstechnik

- 3 Piscataway, USA
- 8 Hanau, Deutschland
- 9 Mumbai, Indien
- 10 Yokkaichi, Japan
- 11 Seoul, Korea
- 12 Shanghai, China
- 13 Ta Yuan, Taiwan



Mit zahlreichen Produktionsstätten für AEROSIL® und AERODISP® in Europa, USA, Asien und weltweit über 100 Vertriebsbüros verfügt Evonik über ein einzigartiges Service- bzw. Produktionsnetz.

Das garantiert eine sehr hohe Liefersicherheit und kurze Transportwege. So kommt das richtige Produkt schnell und in hervorragender Qualität an jeden Ort der Welt.

# Sie möchten mehr Details zu Eigenschaften, Quellen und Fachbegriffen?

## Anhang

---

- Physikalisch-chemische Daten von AEROSIL®
- Literaturverzeichnis
- Glossar

Einleitung

Herstellung

Eigenschaften

Produkte

Anwendungstechnische Effekte

Qualität und Produktsicherheit

Handhabung und Verfügbarkeit

Anhang

# 8. Anhang

## 8.1 Physikalisch-chemische Kenndaten von AEROSIL®

### Hydrophiles AEROSIL®

Prüfmethoden	Einheit	AEROSIL® 90	AEROSIL® 130	AEROSIL® 150	AEROSIL® 200	AEROSIL® 255	AEROSIL® 300	AEROSIL® 380	AEROSIL® OX 50
<b>Verhalten gegenüber Wasser</b> hydrophil									
<b>BET-Oberfläche</b> <sup>1)</sup>	m <sup>2</sup> /g	75–105	105–155	135–165	175–225	230–280	270–330	350–410	35–65
<b>Stampfdichte</b> <sup>2)</sup> ca.-Wert Normale Ware	g/l	80	50	50	50	50	50	50	130
<b>Trocknungsverlust</b> <sup>3)</sup> (2 Stunden bei 105 °C) bei Verlassen des Lieferwerkes	%	< 1,0	< 1,5	< 1,5	< 1,5	< 1,5	< 1,5	< 2,0	< 1,5
<b>pH-Wert</b> <sup>4)</sup>		3,7–4,7	3,7–4,5	3,7–4,5	3,7–4,5	3,7–4,5	3,7–4,5	3,7–4,5	3,8 – 4,8
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	%	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,08
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	%	< 0,003	< 0,003	< 0,003	< 0,003	< 0,003	< 0,003	< 0,003	< 0,01
<b>TiO<sub>2</sub></b>	%	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03
<b>HCl</b>	%	< 0,020	< 0,020	< 0,020	< 0,020	< 0,020	< 0,020	< 0,020	< 0,020
<b>Siebrückstand</b> <sup>5)</sup> (nach Mocker, 45 µm)	%	< 0,025	< 0,025	< 0,025	< 0,025	< 0,025	< 0,025	< 0,025	< 0,200

1) in Anlehnung an ISO 9277

2) in Anlehnung an ISO 787/11

3) in Anlehnung an ISO 787/2

4) in Anlehnung an ISO 787/9

5) in Anlehnung an ISO 787/18

6) nach den Anforderungen der HACCP-Richtlinien hergestellt

7) geprüft nach Ph. Eur. und USP/NF Monographen

Der SiO<sub>2</sub> Gehalt von AEROSIL® beträgt > 99,8 % bezogen auf die geglähte Substanz



AEROSIL® TT 600	AEROSIL® MOX 80	AEROSIL® MOX 170	AEROSIL® COK 84	AEROSIL® 200 F <sup>6)</sup>	AEROSIL® 380 F <sup>6)</sup>	AEROSIL® 200 Pharma <sup>7)</sup>	AEROSIL® 300 Pharma <sup>7)</sup>	AEROPERL® 300 Pharma <sup>7)</sup>	AEROPERL® 300/30
150–250	60–100	140–200	155–215	175–225	350–410	175–225	270–330	260–320	270–330
60	60	50	50	50	50	50	50	280	280
< 2,5	< 1,5	< 1,5	< 1,5	< 1,5	< 2,0	< 2,5; < 7,0	< 2,5; < 7,0	< 2,5	< 3,5
3,6–4,5	3,6–4,5	3,6–4,5	3,6–4,3	3,7–4,5	3,7–4,5	3,5–5,5	3,5–5,5	3,5–5,5	4,0–6,0
< 0,05	0,3–1,3	0,3–1,3	14–18	< 0,03	< 0,03	/	/	/	/
< 0,003	< 0,01	< 0,01	< 0,1	< 0,003	< 0,003	/	/	/	/
< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	/	/	/	/
< 0,025	< 0,025	< 0,025	< 0,1	< 0,020	< 0,020	/	/	/	/
< 0,05	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,025	< 0,025	/	/	/	/

Nähere Informationen zu Gebindegrößen von AEROSIL® können Sie der Technischen Information TI 1231 „Verpackungsformen von AEROSIL®“ entnehmen

## Hydrophobes oder oberflächenbehandeltes AEROSIL®

Prüfmethoden	Einheit	AEROSIL® R 972	AEROSIL® R 974	AEROSIL® R 202	AEROSIL® R 208	AEROSIL® R 805	AEROSIL® R 812	AEROSIL® R 812 S	AEROSIL® R 104
<b>Verhalten gegenüber Wasser</b> hydrophob									
<b>BET-Oberfläche</b> <sup>1)</sup>	m <sup>2</sup> /g	90–130	150–190	80–120	80–140	125–175	230–290	195–245	125–175
<b>Stampfdichte</b> <sup>2)</sup> ca.-Wert Normale Ware	g/l	50	50	60	60	60	60	60	50
<b>Trocknungsverlust</b> <sup>3)</sup> (2 Stunden bei 105 °C) bei Verlassen des Lieferwerkes	%	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5
<b>Kohlenstoffgehalt</b> <sup>4)</sup>	%	0,7–1,0*	0,8–1,4	3,5–5,0	4,5–6,5	4,5–6,5	2,0–3,0	3,0–4,0	1,0–2,0
<b>pH-Wert</b> <sup>5)</sup>		4,0–5,5*	3,8–5,0	4,0–6,0	4,5–6,5	3,5–5,5	5,5–8,0	5,5–9,0	> 4,0
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	%	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	%	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01
<b>TiO<sub>2</sub></b>	%	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03
<b>HCl</b>	%	< 0,05	< 0,05	< 0,025	< 0,025	< 0,025	< 0,025	< 0,025	< 0,02

Prüfmethoden	Einheit	AEROSIL® RY 50	AEROSIL® NY 50	AEROSIL® RY 200	AEROSIL® RY 200 S	AEROSIL® RY 200 L	AEROSIL® RY 300	AEROSIL® RX 50	AEROSIL® NAX 50
<b>Verhalten gegenüber Wasser</b> hydrophob									
<b>BET-Oberfläche</b> <sup>1)</sup>	m <sup>2</sup> /g	15–45	20–40	80–120	65–95	80–120	110–140	25–45	30–50
<b>Stampfdichte</b> <sup>2)</sup> ca.-Wert Normale Ware	g/l	130	60	50	50	30	50	170	60
<b>Trocknungsverlust</b> <sup>3)</sup> (2 Stunden bei 105 °C) bei Verlassen des Lieferwerkes	%	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5
<b>Kohlenstoffgehalt</b> <sup>4)</sup>	%	3,0–4,5	2,5–4,0	4,0–6,5	3,0–5,0	4,0–6,0	6,0–8,5	0,5–1,0	0,5–1,0
<b>pH-Wert</b> <sup>5)</sup>		4,5–7,5	5,0–6,0	4,0–7,0	4,5–6,5	4,0–7,0	4,5–5,5	6,0–8,0	5,5–7,5
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	%	/	/	/	/	/	/	/	/
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	%	/	/	/	/	/	/	/	/
<b>TiO<sub>2</sub></b>	%	/	/	/	/	/	/	/	/
<b>HCl</b>	%	/	/	/	/	/	/	/	/

\* je nach Region ist ein engerer Bereich möglich

1) in Anlehnung an ISO 9277

2) in Anlehnung an ISO 787/11

3) in Anlehnung an ISO 787/2

4) C Gehalt an ISO-3262-20

5) in Anlehnung an ISO 787/9

7) geprüft nach Ph. Eur. und USP/NF Monographen

**Der SiO<sub>2</sub> Gehalt von AEROSIL® beträgt > 99,8 % bezogen auf die geglähte Substanz**

AEROSIL® R 106	AEROSIL® R 816	AEROSIL® R 711	AEROSIL® R 7200	AEROSIL® R 8200	AEROSIL® R 9200	AEROSIL® R 504	AEROSIL® R 972 Pharma <sup>6)</sup>	AEROSIL® R 976 S
220–280	170–210	125–175	125–175	135–185	150–190	125–175	90–130	215–260
50	60	60	230	140	200	50	50	50
< 0,5	< 1,0	< 1,5	< 1,5	< 0,5	< 1,5	< 1,5	/	< 0,5
1,5–3,0	0,9–1,8	4,5–6,5	4,5–6,5	2,0–4,0	0,7–1,3	2,0–4,5	/	1,8–2,1
> 3,7	4,0–5,5	4,0–6,0	4,0–6,0	> 5,0	3,0–5,0	8,5–11,0	/	4,0–5,5
< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	/	/	< 0,05	/	/
< 0,01	< 0,01	< 0,003	< 0,003	/	/	< 0,01	/	/
< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	/	/	< 0,03	/	/
< 0,025	< 0,025	< 0,01	< 0,01	/	/	< 0,025	/	/
AEROSIL® RX 200	AEROSIL® RX 300	AEROSIL® NX 90G	AEROSIL® REA 200	AEROSIL® REA 90	AEROSIL® NA 50 Y	AEROSIL® NA 200 Y	AEROSIL® NA 50 H	AEROSIL® RA 200 HS
115–165	180–220	50–80	110–150	40–70	25–45	100–150	30–50	120–160
50	50	40	50	50	40	50	50	40
< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 1,0	< 1,0	< 0,8	< 0,8	< 0,8	< 0,8
1,5–3,5	2,5–5,0	0,7–1,5	5,0–7,5	3,0–6,0	2,0–4,0	3,0–6,5	< 2,0	< 3,5
5,5–8,5	6,0–8,0	5,0–7,5	8,0–10,0	7,5–10,0	6,5–9,0	6,5–9,5	8,0–10,0	8,0–10,0
/	/	/	/	/	/	/	/	/
/	/	/	/	/	/	/	/	/
/	/	/	/	/	/	/	/	/
/	/	/	/	/	/	/	/	/

Nähere Informationen zu Gebindegrößen von AEROSIL® können Sie der Technischen Information TI 1231 „Verpackungsformen von AEROSIL®“ entnehmen

## 8.2 Literaturverzeichnis

Nr.	Quelle
1	Ying Li, Xuefeng Ging et al., Journal of Hazardous Materials 186 (2011) 2151-2156
2	Bronzeoak Ltd: Rice Husk Ash Market Study (2003)
3	<a href="http://webarchive.nationalarchives.gov.uk/+http://www.berr.gov.uk/files/file15138.pdf">http://webarchive.nationalarchives.gov.uk/+http://www.berr.gov.uk/files/file15138.pdf</a>
4	Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, online, Flörke et al: Silica, 422-50, DOI: 10.1002/14356007.a23_583.pub3
5	Chemical Economics Handbook CEH Marketing Research Report: Suresh, Bala; Yokose, Kazutera: Silicas and Silicates, 2011
6	DIN 53 206 Blatt 1, August 1972
7	Evonik Industries AG; Business Line Silica: Technical Information 1279: Successful Use of AEROSIL® Fumed Silica in Liquid Systems
8	Warren, B.E.: Z. Krist. 86, 349, 1933
9	Schmücker, M. Thesis, Ruhr-Universität Bochum, 1988
10	Evans, L.D.; King, S.V.: Nature 212, 1353, 1996
11	Mozzi, R.L.; Warren, B.E.: J. Appl. Cryst. 2,164, 1969
12	Kommission der Europäischen Gemeinschaften (Hrsg.): Berufskrankheitenliste der EG, Brüssel (1972)
13	Valentin, Helmut: Arbeitsmedizin, 2. Aufl., Stuttgart: Thieme Verl., 1979, 222
14	Albers, Peter W., Nanoanalytische Methoden und ihre Anwendungsfelder, Nachrichten aus der Chemie 59,2, 2011, 145-149
15	Albers, P.W.; Michael, G.; Lansink Rotgerink, H.; Reisinger, M.; Parker, S.F.: Low-frequency Vibrational Dynamics of Amorphous and Crystalline Silica, Z. Naturforsch. 2012, 1016-1020.Und darin enthaltene Refs....3, 11
16	ISO 9277
17	ISO 15901-3
18	DIN 66134 bzw. ISO15901-2
19	ISO 787/11
20	ISO 787/2
21	ISO 3262/20
22	ISO 787/9
23	ISO 787/18
24	Takeuchi, Y. in: The Chemistry of Organic Silicon Compounds, Vol. 2, 1998, edited by Z. Rappoport, Y. Apeloig, 1998, 267 - 354.
25	Albert, K., Bayer, E.; Pfeleiderer, B.: J. Chrom, 506, 1990, 343-355
26	Sindorf, D.W.; Maciel, G.E.: J. Am. Chem. Soc., 1980, 102, 7606-7607
27	Sindorf, D.W.; Maciel, G.E.: J. Am. Chem. Soc., 1983, 105, 3767-3776
28	Bayer, E.; Albert, K.; Reiners, J.; Nieder, M.; Müller, D.: J. Chrom. 264, 1983, 197-213
29	DIN 66137-2 bzw. EP 2.9.23 beschrieben
30	Matthias, J.; Wannemacher, G.: J. Coll. Interf. Sci., 125, 1988, 61-68
31	A. Burneau, J. P. Gallas, in the surface properties of silica, A. P. Legrand (Ed.) Wiley, Chichester, 1998, 147
32	R. S. McDonald, J. Phys. Chem., 62, 1958, 1168-1178
33	G. Wirzing, Naturwiss. 51, 1964, 211-212
34	A. Blume, M. Janik, J. P. Gallas, F. Thibault-Starzyk, A. Vimont, KGK, 7-8, 2008, 359-362
35	Barnes, H. A., Hutton, J. F., Walters, K.: An Introduction to Rheology, Amsterdam: Elsevier, 1989
36	Mezger, T.: Das Rheologie-Handbuch, Hannover: Curt R. Vincentz Verl., 2000
37	Doren, R. E. van: Coatingsworld, October 1998, 86
38	Evonik Industries AG; Business Line Silica: Technische Information 1351: SIPERNAT® Spezialkieselsäure und AEROSIL® pyrogene Kieselsäure als Fließhilfsmittel und Antitackmittel®
39	Evonik Industries AG; Business Line Silica: Technische Information 1364: AEROSIL® and SIPERNAT® for spices and seasonings
40	Evonik Industries AG; Business Line Silica: Technische Information 1386 AEROSIL® and SIPERNAT® for free flowing and non-caking sugars and sugar alcohols
41	Evonik Industries AG; Business Line Silica: Technische Information 1356 SIPERNAT® specialty silica and AEROSIL® fumed silica in instant beverages
42	Rinne, Horst: Statistische Methoden der Qualitätssicherung, Wien, 1989
43	Evonik Industries AG; Business Line Silica: Technische Information 1219 Semi Bulk Verpackung für AEROSIL®
44	Evonik Industries AG; Business Line Silica: Technische Information 1373 Lagerung von AEROSIL®
45	Evonik Industries AG; Business Line Silica: Technische Information 1363 Staubexplosionsschutz bei Handhabungsanlagen für oberflächenmodifiziertes AEROSIL®

## 8.3 Glossar

### A – C

96 | 97

**A**dsorption bezeichnet die Aufnahme eines Stoffes an der inneren und/oder äußeren Oberfläche eines Festkörpers (DIN 28400).

#### Adsorptionsisothermen

zeigen Zusammenhänge zwischen adsorbierter Substanzmenge am Adsorptiv und Konzentration bzw. Partialdruck des zu adsorbierenden Stoffes / Gases im Gleichgewichtszustand bei konstanter Temperatur.

#### AEROSIL®

geschützte Marke der Evonik Industries AG oder ihrer Tochterunternehmen für synthetische amorphe Kieselsäuren, die nach dem Hochtemperaturhydrolyse-Verfahren hergestellt werden.

#### AERODISP®

geschützte Marke der Evonik Industries AG oder ihrer Tochterunternehmen für Dispersionen aus pyrogener Kieselsäure und pyrogenen Metalloxiden (Handelsname AEROSIL® in wässrigen oder organischen Medien z.B. Ethylenglykol).

#### AEROPERL®

geschützte Marke der Evonik Industries AG oder ihrer Tochterunternehmen für ein sphärisches Granulat aus AEROSIL® oder Metalloxiden mit hoher Stampfdichte und gleichbleibend hoher Oberfläche. Das Mikrogranulat zeichnet sich durch gutes Fließverhalten und eine staubarme Handhabung aus.

#### Affinität

zwischen zwei Elementen oder Verbindungen ist umso stärker, je mehr Wärme bei ihrer Vereinigung frei wird (THOMSON-BERTHELOTsches Prinzip).

#### Agglomerate

lockere Zusammenballungen von → *Primärteilchen* und/oder Aggregaten, die beim Dispergieren zerteilt werden können (DIN 53 206).

#### Aggregate

nach DIN 53206 verwachsener Verband von flächig aneinandergelagerten Teilchen, dessen Oberfläche kleiner ist als die Summe der Oberflächen der → *Primärteilchen*.

#### aliphatisch

aliphatische Kohlenwasserstoffe (z.B. Alkane) sind organische Verbindungen, die aus Kohlenstoff und Wasserstoff bestehen und nicht aromatisch sind. Auch ungesättigte Kohlenwasserstoffe, also Verbindungen die Kohlenstoff-Doppel- oder Dreifachbindungen enthalten (Alkene oder Alkine) zählen zu den Aliphaten.

#### amorph

ungeformt, strukturlos, im Gegensatz zu → *kristallin*.

#### Anatas

Anatas ist neben → *Rutil* und → *Brookit* eine der drei Kristallmodifikationen in denen Titandioxid vorkommt. Es ist ein relativ häufig vorkommendes Mineral, welches im tetragonalen Kristallsystem kristallisiert.

#### Bergkristall

eine besonders reine, glasartig durchsichtige Form von Quarz. Er bildet oft stattliche trapezoedrisch-hermiedrische Einzelkristalle.

#### BET

→ *spezifische Oberfläche* Brunauer, Emmet, Teller, in: Journal of the American Chemical Society 60 (1938) S. 309

#### BET-Methode

Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Oberfläche durch Adsorption von Gasen

#### Beugungsringe

→ *Röntgenbeugung*.

#### Brookit

Brookit ist neben → *Anatas* und → *Rutil* eine der drei Kristallmodifikationen in denen Titandioxid vorkommt nach dem britischen Mineralogen H.J. Brooke (1771 – 1857)

#### Chemisorption

liegt vor, wenn ein gasförmiger, flüssiger oder gelöster Stoff an der Oberfläche eines Festkörpers oder einer Flüssigkeit unter Bildung einer chemischen Verbindung angelagert bzw. aufgenommen wird.

#### Chromatographie

Bezeichnung für ein physikalisches Trennverfahren, bei dem die Stofftrennung durch Verteilung zwischen einer stationären und einer mobilen Phase geschieht.

#### Coesit

SiO<sub>2</sub>-Hochdruckmodifikation. Nachgewiesen als natürliches Mineral im Sandstein von Meteorkratern.

#### Cristobalit

ist die oberhalb 1470 °C bis zum Schmelzpunkt (1710 °C) von Quarz stabile Modifikation des Siliciumdioxids. Bildet kleine, trübe, milchweiße Kriställchen in den Hohlräumen vulkanischer Gesteine.

## D – K

### De(s)agglomeration

Verfahrenstechnische Methode (meist mechanisch) bei der der Verbund von relativ lose zusammenhängenden Aggregaten aufgebrochen wird (beispielsweise beim Dispergieren).

### Deformationsschwingung

Schwingungen von gebundenen Atomen innerhalb eines Moleküls, bei denen sich die Bindungswinkel verändern. Charakteristische Deformationsschwingungen dienen beispielsweise zur Strukturaufklärung von Molekülen in der IR-Spektroskopie.

### Desorption

Vorgang des Abtrennens oder Verlassens eines Stoffes von der inneren und/oder äußeren Oberfläche eines Festkörpers. Gegenteil von → *Adsorption*

### Desorptionskurve

Die Desorptionskurve beschreibt den Abtrennvorgang → *Desorption* beispielsweise bei der N<sub>2</sub>-Physisorption in Abhängigkeit des relativen Drucks.

### Differentialthermoanalyse

thermometrische Analysenmethode. Ermöglicht die Beobachtung von Phasenumwandlungen aufgrund ihrer Wärmetönungen und eignet sich vor allem zur Untersuchung von Strukturänderungen an festen Stoffen bei höheren Temperaturen.

### Diffusion

ohne Einwirkung äußerer Kräfte allmählich eintretende Vermischung von verschiedenen miteinander in Berührung befindlichen gasförmigen, flüssigen oder festen Stoffen.

### Diglyme

Abkürzung für Diethylglycoldimethylether, ein Lösemittel.

### Dioctyladipat

Kurzzeichen DOA: nach DIN EN ISO 1043-3: 2000-01 ist Dioctyladipat[Bis(2-ethylhexyl)-adipat] ein Weichmacher. Zur Gruppe der Dicarbonsäureester (Adipate) gehörende, farblose, fast geruchlose Flüssigkeit, die in Aceton, Diethylether und Ethanol sehr gut löslich ist.

### Dipol

unsymmetrische Ladungsverteilung bei Molekülen.

### Dipolwechselwirkung

Kräfte, die aufgrund der Anwesenheit von siehe auch Dipolen wirken.

### Dispergierung

gleichmäßige Verteilung pulverförmiger Stoffe in Flüssigkeiten mit Hilfe von Dispergiermaschinen.

### Dispersion

von latein. dispersio = Zerteilung. Nach DIN EN ISO 862: 1995-10 Bezeichnung für ein System (disperses System) aus mehreren Phasen, von denen eine kontinuierlich (Dispersionsmittel) und mindestens eine weitere fein verteilt ist (dispergierte Phase, Dispergens). Beispiele für Dispersionen: Emulsionen (flüssige ineinander unlösliche Phasen), Aerosole, Suspensionen. Die Energie zur Herstellung einer Dispersion kann z. B. chemisch, elektrochemisch, elektrisch oder mechanisch zugeführt werden.

### Dissolver

Dissolver dienen zur Dispergierung von Stoffen meist in Flüssigkeiten. Der Dissolver stellt die zur → *Desagglomeration* notwendige Energie bereit.

### Dotierung

in der Halbleitertechnik übliche Bezeichnung für gezielte Verunreinigungen ultrareiner Germanium- und Siliciumkristalle durch Zusätze von winzigen Mengen an Fremdmaterial.

### E-modul

Das Elastizitätsmodul (E-Modul) ist ein Materialkennwert aus der Werkstofftechnik, der den Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung bei der Verformung eines festen Körpers bei linear elastischem Verhalten beschreibt

### Edukt

Ausgangsstoff einer chemischen Reaktion.

### Emulsion

thermodynamisch mehr oder weniger instabile Systeme, die zwei nur wenig ineinander lösliche Flüssigkeiten fein verteilt enthalten.

### Extinktion

von lateinisch: extinctio = Auslöschung. Bezeichnung für den Logarithmus des Quotienten der Intensität des Primärstrahls zur Intensität des Probenstrahls.

### Fällungskieselsäuren

synthetische → *Kieselsäuren*, die bei der Umsetzung von Wasserglas mit Schwefelsäure entstehen,

### Flammenhydrolyse

Reaktion von z.B. Siliciumtetrachlorid mit dem in der Knallgasflamme gebildeten Wasser.

### Geminal

drückt aus, dass zwei Substituenten mit dem gleichen Atom verbunden sind, → *vicinal*.

**H**andhabung

Maßnahmen und Verfahrensweisen zur Erreichung bestimmter Betriebsabläufe, vor allem mit pulverförmigen Rohstoffen unter Einhaltung behördlich vorgegebener Richt- oder Grenzwerte.

**Headspace-Analyse**

Bezeichnung für eine meist mittels Gaschromatographie (→ *Chromatographie*) vorgenommene Analyse des über einem Festkörper oder einer Flüssigkeit stehenden Luftraums (Kopfraum).

**hochdispers**

fein verteilt.

**Hochtemperaturform**

→ *Modifikation*, die bei höheren Temperaturen bevorzugt gebildet wird.

**homogen**

gleichartig, gleichgeartet, gleichstoffig

**Hydrolyse**

Bezeichnet den Vorgang der Spaltung einer chemischen Verbindung durch die Reaktion mit Wasser

**Hydrophilie**

wasserfreundlich bzw. wasserbenetzbar Gegenteil: → *Hydrophobie*.

**Hydrophobie**

wasserabstoßend. Gegenteil: → *Hydrophilie*.

**Hysterese**

griech. Hystéresis = Zuspätkommen. Bezeichnung für das Zurückbleiben einer Wirkung hinter der sie verursachenden physikalischen Größe, verbunden mit einer – auch nach Aufhören der Krafteinwirkung verbleibenden - Restwirkung

**i**ner

untätig, reaktionsträge

**Inertisierung**

die Umwandlung von Stoffen hin zu reaktionsträgen (inerten) Verbindungen

**Infrarot (IR)-Spektroskopie**

optisches Verfahren, bei dem die Absorptionsspektren von meist-organischen, festen, flüssigen oder gasförmigen Verbindungen im Bereich des Infrarots zur qualitativen bzw. quantitativen Analyse, Strukturermittlung und dgl. herangezogen werden.

**Interferenz**

Erscheinungen, die sich durch Überlagerungen von Wellen gleicher Wellenlänge ergeben.

**irreversibel**

nicht umkehrbare chemische Reaktion Gegensatz: → *reversibel*.

**K**atalyse, heterogen

Bei der heterogenen Katalyse befinden sich Katalysator und Edukte bzw. Produkte in unterschiedlichen Phasen (z.B. Katalysator fest - reagierende Stoffe in der Gasphase)

**Kieselgel**

poröse → *Kieselsäure*, hergestellt nach dem Naßverfahren aus Säure und Wasserglas. Gegensatz: → *Fällungskieselsäure*.

**Kieselglas**

Quarzglas, Glas aus reinem Siliciumdioxid ohne Beimengungen

**Kieselgur**

Synonym zu Infusorienerde, Diatomeenerde, Bergmehl. Sehr feinkörniges, leichtes, meist hellgraues Pulver, das aus 70–90% → *amorpher*, einigen Prozenten → *kristalliner Kieselsäure*, 3–12% Wasser und geringen Mengen von organischen Beimengungen besteht.

**Kieselsäure**

Sammelbezeichnung für Verbindungen der allgemeinen Formel  $\text{SiO}_2$ . Man unterscheidet z.B. zwischen → *pyrogenen*, z.B. → *AEROSIL®*, und → *Fällungskieselsäuren*. Die einzelnen Kieselsäure-Typen unterscheiden sich in physikalisch-chemischen Eigenschaften, z. B. Größe der → *spezifischen Oberfläche*, Teilchengröße und Trocknungs- bzw. Glühverlust. → *Kieselgel*, → *Lichtbogenkieselsäure*.

**Knallgasreaktion**

Reaktion von gasförmigem Wasserstoff ( $\text{H}_2$ ) mit Sauerstoff ( $\text{O}_2$ ), bei der Wasser als Reaktionsprodukt entsteht. In der Regel ist bei der Umsetzung (Detonation) ein Knall zu hören.

**Koagulation**

Von lateinisch coagulatio = Gerinnung abgeleitete Bezeichnung für das Zusammenwachsen von in Flüssigkeiten dispergierten kleinen Teilchen unter der Wirkung von Kräften, z. B. aus der Brownschen Molekularbewegung oder durch elektrostatische Anziehung.

**Koaleszenz**

Unter Koaleszenz versteht man das Zusammenfließen von separierten kolloidalen Teilchen (in diesem Zusammenhang bezieht es sich auf Tröpfchen bei der AEROSIL® Partikelgenese)

## L – R

### kohärent

Als kohärent bezeichnet man in der Physik zwei Wellen, die untereinander eine feste Phasenbeziehung haben

### Kompaktat

Resultat einer Kompaktierung, auch Granulat. Zusammenballung von Feststoffpartikeln zur Erzeugung größerer (möglichst kompakter) Kugeln, Körner, Schülpen, etc.

### Kovalenz, kovalent gebunden

Die kovalente Bindung (auch Atombindung) bezeichnet eine chemische Bindungsart, die für die feste Anbindung von Atomen untereinander in molekularen Verbindungen verantwortlich ist.

### kristallin

sind feste Stoffe, deren Bausteine in regelmäßigen Kristallgittern angeordnet sind. Gegensatz: → *amorph*.

### Lichtbogenkieselsäure

pyrogene Kieselsäure, die durch Reduktion von Quarzsand mit Koks in einem Lichtbogenofen und anschließender Oxidation des gebildeten SiO hergestellt wird.

### Makroporen

Nach Definition der IUPAC handelt es sich dabei um Poren eines Feststoffs mit einem Porendurchmesser im Bereich > 50 nm. → *Mikroporen* < 2 nm und *Mesoporen* zwischen 2 – 50 nm.

### Mesoporen

Nach Definition der IUPAC handelt es sich dabei um Poren eines Feststoffs mit einem Porendurchmesser im Bereich zwischen 2 – 50 nm. → *Mikroporen* < 2 nm und → *Makroporen* > 50 nm.

### metastabil

Zustand zwischen stabil und instabil. Ein metastabiler Zustand ist stabil gegen kleine Änderungen, aber instabil gegenüber größeren Änderungen

### Mikroporen

Nach Definition der IUPAC handelt es sich dabei um Poren eines Feststoffs mit einem Porendurchmesser im Bereich < 2 nm. → *Mesoporen* 2 – 50 nm und → *Makroporen* > 50 nm.

### Modifikation

verschiedene Zustandsformen chemischer Elemente oder Verbindungen, die bei gleicher Zusammensetzung unterschiedliche physikalische Eigenschaften aufweisen.

### monomodal

Weist eine Partikelgrößenverteilungskurve lediglich ein Maximum auf, so bezeichnet man diese Verteilung als monomodal.

### Morphologie

Lehre von Entwicklung und Herkunft der Formen und Gestalten.

### Nahordnung

nahezu geordnete Bezirke einer sonst → *Substanz*.

### Nanometer

ein millionstel Millimeter = 1 nm.

### NMR

Abkürzung für **N**uclear **M**agnetic **R**esonance. Spektroskopisches Verfahren zur Strukturaufklärung.

### Oberflächenfunktionalität

Von außen zugängliche funktionelle (organische) Gruppe, die auf der Oberfläche von Partikeln anzutreffen ist.

### Oktettregel

beschreibt das Bestreben von Atomen, durch chemische Bindungen der äußeren Elektronenschale acht Elektronen zu erreichen („Edelgaskonfiguration“).

### Orbitalwechselwirkungen

„Aufenthaltsräume“ der Elektronen von Atomen bzw. Molekülen kommen sich sehr nahe oder überlappen sich; dabei kann Energie frei werden (stabiler Zustand).

### Osmotischer Druck

entsteht durch das „Verdünnungsbestreben“ einer konzentrierten Lösung gegenüber dem reinen Lösungsmittel, wenn die beiden durch eine semipermeable Membran (Diaphragma) getrennt sind.

### Pascalsekunde

Einheit der dynamischen Viskosität [Pa\*s]

### pastös

pastenähnlich, eine (hoch)viskose Flüssigkeit

### Phasen

Hier: Bezeichnung für die unterschiedlichen Kristallformen, in denen eine reine chemische Substanz auftreten kann.



**PIDS**

Abkürzung für Polarization Intensity Differential Scattering. Diese Technik arbeitet mit polarisiertem Licht, was zu einer besseren Auflösung führt. Dadurch können auch kleinere Partikelgrößen gemessen werden, gegenüber der konventionellen Laser-Beugung-Technik. Diese Technik wurde von der Firma Beckman-Coulter entwickelt.

**Precursor**

Bezeichnet *allgemein* eine Vorläuferverbindung, die in der Regel in (einer) weiteren Reaktion(en) bis hin zum Zielmolekül umgesetzt wird.

**Primärteilchen**

nach DIN 53206 kleinste Teilchen (Einzelteilchen), aus denen pulverförmige Feststoffe aufgebaut sind. Durch Elektronenmikroskopie als Individuum erkennbares Teilchen.

**Protonenakzeptor**

Verbindungen, die Protonen (H<sup>+</sup>-Ionen) aufnehmen können (nach BRØNSTED = Basen). Gegenteil: → *Protonendonator*.

**Protonendonator**

Verbindungen, die Protonen (H<sup>+</sup>-Ionen) abgeben können (nach BRØNSTED = Säuren). Gegenteil: → *Protonenakzeptor*.

**PU**

Kurzbezeichnung für Polyurethan

**pyrogen**

in der Flamme erzeugt.

**Quarz**

wichtigste → *kristalline* → *Modifikation* des SiO<sub>2</sub>. Häufigstes Mineral der Erdkruste. Meist farblose, weiße, glas- oder fettglänzende, undurchsichtige, trübe oder durchsichtige Kristalldrüsen.

**Quarzglas**

vollkommen durchsichtiges klares, erst bei 1720 °C schmelzendes Glas mit hoher chemischer Widerstandsfestigkeit.

**Quarzgut**

trübes, undurchsichtiges Kieselsäure-Glas, welches für optische Zwecke ungeeignet ist.

**Reflektometer**

Ein Gerät mit dem man die Reflektion eines Stoffes/einer Oberfläche bestimmen kann. Es wird bspw. bei der Glanz-Bestimmung von Anstrichen auf Substraten verwendet.

**REM-Aufnahme**

Abkürzung für **R**aster-**E**lektronen-**m**ikroskopische Aufnahme.

**reversibel**

umkehrbare chemische Reaktion. Gegensatz: → *irreversibel*.

**Rheologie**

Fließkunde. Teilgebiet der Physik, das sich mit der Beschreibung, der Erklärung sowie der Messung der bei der Deformation von Körpern auftretenden Erscheinungen befasst.

**Röntgenanalyse**

physikalisches Verfahren zur chemischen Analyse, indem die Probe mit → *Röntgenstrahlen* bestrahlt wird.

**Röntgenbeugung**

Verfahren der Kristallstrukturanalyse bei dem → *Röntgenstrahlen* an den Elektronen der Gitteratome gebeugt werden. Durch Überlagerung der Beugungswellen entstehen regelmäßige → *Beugungsringe*.

**Röntgenstrahlen**

Bezeichnung für eine kurzwellige elektromagnetische Wellenstrahlung von etwa 10<sup>-12</sup> bis 10<sup>-9</sup> m Wellenlänge.

**Rotor-Stator-Gerät**

auch Mischsirene genannt. Gerät zum Zerteilen eines Pigments oder eines Füllstoffes, bestehend aus einem äußeren feststehenden und einem konzentrischen inneren rotierenden Ring, wobei beide Ringe Öffnungen (Löcher oder Schlitze) besitzen, welche die Flüssigkeit unter hoher Scherbeanspruchung passieren muss.

**RTV**

Raumtemperatur vernetzend

**Rutil**

Rutil ist neben → *Anatas* und Brookit eine der drei Kristallmodifikationen in denen Titandioxid vorkommt. Es ist ein relativ häufig vorkommendes Mineral, welches im tetragonalen Kristallsystem kristallisiert.

## S – Z

### Sedimentation

Absetzverhalten

### Silane

sind im engeren Sinne binäre Verbindungen des Siliciums mit Wasserstoff der allgemeinen Formel  $\text{Si}_n\text{H}_{2n+2}$ , also die Si-Analoga der Alkane. Der Begriff wird auch im weiteren Sinne für solche Derivate gebraucht, in denen die Wasserstoffatome teilweise oder auch vollständig durch andere Gruppen ersetzt sind.

### Silanolgruppen

oberflächenständige Gruppen auf der Kieselsäure-Oberfläche der Formel  $\equiv \text{Si}-\text{OH}$ .

### Silikonkautschuk

hochviskose Siliconöle, die mit Peroxiden oder nach anderen Prinzipien zu Elastomeren vernetzbar sind. Das Grundpolymer für Silikonkautschuk ist Dimethylpolysiloxan.

### Silikose

Berufskrankheit infolge Inhalation quarzhaltigen Staubes

### Siloxangruppen

Si-O-Si Einheiten, die durch die Kondensation von *Silanolgruppen* entstehen.

### Sintern

Beim Sintervorgang kommt es zu einer Zusammenballung einzelner Festkörperteilchen (wie etwa Primärteilchen, Aggregate etc.) unter hohen Temperaturen. Dieser Vorgang geschieht unterhalb der Schmelztemperatur, so dass keine wirkliche Schmelze vorliegt. Die Feststoff-Partikel erlangen eine gewisse Plastizität, die es ermöglicht, dass nach einem Aufeinanderprallen der Teilchen diese fest miteinander verbunden sind, ohne allerdings gänzlich (wie bspw. Tropfen) ineinander zu verlaufen.

### Sinterhals

Als Sinterhals bezeichnet man die Verknüpfungsstelle von zwei oder mehreren Partikeln, die durch einen Sintervorgang entstanden sind.

### spezifische Oberfläche

ist nach DIN 66131 die auf die Masse bezogene Oberfläche eines Feststoffes in  $\text{m}^2/\text{g}$ . Sie wird im allgemeinen nach der *BET-Methode* (Brunauer, Emmet, Teller, in: Journal of the American Chemical Society 60 (1938) S. 309) bestimmt.

### Stampfdichte

Nach DIN ISO 787/11 eine gemessene Größe, die die Volumenabnahme eines pulverigen Feststoffs durch Rütteln bzw. Stampfen beschreibt.

### Stishovit

sehr hartes, stoßunempfindliches  $\text{SiO}_2$ -Mineral. Entsteht an Einschlagstellen von größeren Meteoriten durch die starke Druckwelle aus den in den Boden eingebetteten Quarzkörnern. Das Siliciumatom ist nicht wie beim gewöhnlichen  $\text{SiO}_2$  mit vier, sondern mit sechs äquidistanten O-Atomen umgeben. Stishovit kann unter extrem hohen Drucken auch synthetisch hergestellt werden.

### Strukturmodifizierung

Verfahren zur Strukturänderung (i.d.R. zum Strukturabbau) von pyrogenen Metalloxiden. Hierbei wird das mikroskopische 3D-Netzwerk der Aggregate und Agglomerate derart verändert, dass Produkte mit neuen Eigenschaften entstehen. So zeichnen sich diese vor allem durch eine reduzierte Verdickungswirkung und erhöhte Stampfdichte aus.

### TEM-Aufnahme

Abkürzung für **T**ransmissions-**E**lektronen-**m**ikroskopische Aufnahme.

### Tetraeder

von vier gleichseitigen Dreiecken begrenzter Körper.

### tetragonal

Die vier Bindungselektronenpaare weisen beim tetragonalen System in die Ecken eines *Tetraeders* und haben somit den größtmöglichen Abstand voneinander (Winkel ca.  $109^\circ$ ).

### Thixotropie

Abnahme der *Viskosität* einer Flüssigkeit in Abhängigkeit von der Scherintensität, der Scherdauer und Einstellung des ursprünglichen Zustandes nach Beendigung der Scherbeanspruchung.

### Torsionsschwingung

Eine spezielle Schwingungsform, die Moleküle nach Absorption von elektromagnetischer Strahlung vollziehen. Charakteristische IR-Schwingungen (Schwingungsbanden) ermöglichen die Strukturaufklärung von Molekülen. Bei der Torsionsschwingung handelt es sich um eine Deformationsschwingung, bei der sich die Bindungswinkel ändern, während die Bindungsabstände annähernd konstant bleiben. Die Schwingung erfolgt „aus der Molekül-Ebene“.

### Toxikologie

Lehre von den in Übermengen schädlichen, u. U. tödlichen Wirkungen von Substanzen.

**Triboelektrizität**

Reibungselektrizität. Bezeichnung für die Entstehung einer Spannung, wenn beim Reiben zweier verschiedener Isolatoren aneinander, diese sich mit entgegengesetzten elektrischen Vorzeichen aufladen. Oft charakterisiert als Quotient aus Ladung pro Masse.

**Tridymit**

→ *Hochtemperaturform* des SiO<sub>2</sub>. Oft 1–4 mm große sechsseitige Täfelchen, farblos, glasglänzend oder milchig trüb, durchsichtig bis durchscheinend. → *Modifikation* der Kieselsäure.

**Tunneleffekt**

atomare Teilchen können einen Potentialberg, dessen potentielle Energie höher ist als die kinetische Energie der Teilchen, mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit durch ein sogenanntes „Durchtunneln“ überwinden.

**UP**

Kurzbezeichnung für Ungesättigte Polyesterharze.

**Valenzschwingung**

Eine spezielle Schwingungsform, die Moleküle nach Absorption von elektromagnetischer Strahlung vollziehen. Charakteristische IR-Schwingungen (Schwingungsbanden) ermöglichen die Strukturaufklärung von Molekülen. Im Verlauf der Valenzschwingung ändern sich die Bindungslängen der beteiligten Atome innerhalb eines Moleküls.

**Van-der-Waals-Kräfte**

Nach Johannes Diderik van der Waals benannte zwischenmolekulare Kräfte, die insbesondere bei realen Gasen, aber auch in Flüssigkeiten und in Festkörpern als schwache Bindungskräfte zwischen inerten Atomen und gesättigten Molekülen auftreten.

**Versinterung**

→ *Sintern*

**vicinal**

bezeichnet die Stellung der Substituenten an benachbarten Atomen. → *geminal*.

**Viskosität**

ist nach DIN 13342 die Eigenschaft eines Stoffes, durch Schubverformung eine vom Geschwindigkeitsgefälle abhängige Schubspannung aufzunehmen.

**Wasserstoffbrücken**

Bezeichnung für eine Bindung, die sich zwischen einem an elektronegative Elemente (→ *Protonendonator*) kovalent gebundenen Wasserstoffatom und dem einsamen Elektronenpaar eines anderen elektronegativen Atoms (→ *Protonenakzeptor*) ausbildet.

**Zetapotential**

Feststoffpartikel (wie AEROSIL®) tragen auch in einer Suspension auf ihrer Oberfläche Ladungen, die durch Lösungsmittelmoleküle nach außen kompensiert/abgeschirmt werden. Das Potential ist dadurch minimiert. Durch Bewegung der Partikel (z.B. Brown'sche Molekular Bewegung, Rühren, etc.) und damit verbundener Reibung kann diese Lösungsmittelmolekülschicht von der Partikeloberfläche abgeschert werden. Die Oberflächenladung der Partikel erscheinen nun nicht mehr nach außen neutral, so dass ein Potential entsteht: das Zetapotential.

Unsere Informationen entsprechen unseren heutigen Kenntnissen und Erfahrungen nach unserem besten Wissen. Wir geben sie jedoch ohne Verbindlichkeit weiter. Änderungen im Rahmen des technischen Fortschritts und der betrieblichen Weiterentwicklung bleiben vorbehalten. Unsere Informationen beschreiben lediglich die Beschaffenheit unserer Produkte und Leistungen und stellen keine Garantien dar. Der Abnehmer ist von einer sorgfältigen Prüfung der Funktionen bzw. Anwendungsmöglichkeiten der Produkte durch dafür qualifiziertes Personal nicht befreit. Dies gilt auch hinsichtlich der Wahrung von Schutzrechten Dritter. Die Erwähnung von Handelsnamen anderer Unternehmen ist keine Empfehlung und schließt die Verwendung anderer gleichartiger Produkte nicht aus.

AEROSIL®, AEROXIDE®, AERODISP® und AEROPERL® sind geschützte Marken der Evonik Industries AG oder ihrer Tochterunternehmen.



**EVONIK**  
INDUSTRIES

**Europa/ Mittlerer Osten/  
Afrika/ Latein Amerika**

**Evonik Resource Efficiency GmbH**

Business Line Silica  
Rodenbacher Chaussee 4  
63457 Hanau-Wolfgang

**TELEFON** +49 6181 59-12532  
**TELEFAX** +49 6181 59-712532  
ask-si@evonik.com

**Nordamerika**

**Evonik Corporation**

Business Line Silica  
299 Jefferson Road  
Parsippany, NJ 07054-0677  
USA

**TELEFON** +1 800 233-8052  
**TELEFAX** +1 973 929-8502  
ask-si-nafta@evonik.com

**Asien /Pazifik**

**Evonik (SEA) Pte.Ltd.**

Business Line Silica  
3 International Business Park  
#07-18 Nordic European Centre  
Singapore 609927

**TELEFON** +65 6809-6877  
**TELEFAX** +65 6809-6677  
ask-si-asia@evonik.com

**Evonik. Kraft für Neues.**