

# CarboSafe

## Physikalisch-chemische Charakterisierung von CNT



**Inno.CNT**  
INNOVATIONSALLIANZ  
CARBON NANOTUBES

S. Hanelt, A. Huber, R. Illgen, C. Jäger, R. Mach, G. Orts Gil, W. Unger, A. Meyer-Plath

BAM – Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Unter den Eichen 87, 12205 Berlin

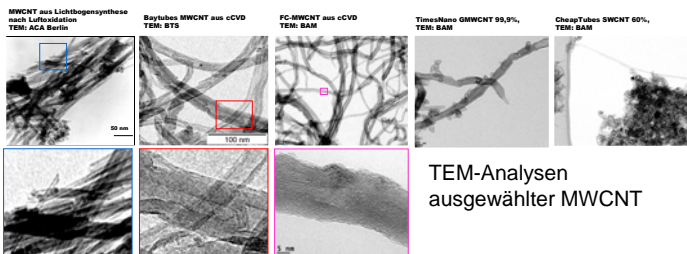
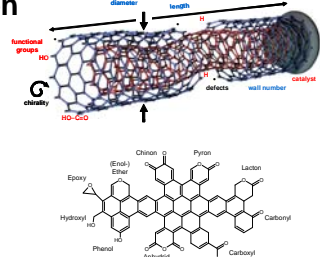
### Zielsetzung



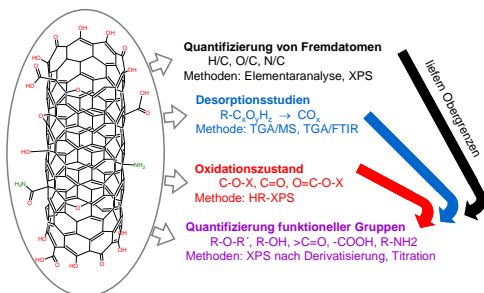
Der Projektverbund inno.CNT strebt ein Verständnis grundlegender Struktur-Eigenschafts-Beziehungen von CNT und CNT-haltigen Materialien an. Dafür müssen Materialeigenschaften oder eine eventuelle Biotoxizität auf chemisch-physikalische Charakteristika zurückführbar sein. Voraussetzung hierfür ist eine umfassende und verlässliche physikalisch-chemische Charakterisierung. Allerdings sind viele der dafür notwendigen Methoden Gegenstand aktueller Forschung des Projektverbundes. Die BAM entwickelt im Rahmen von CarboSafe Methoden zur chemisch-funktionellen Charakterisierung von CNT.

### Materialien und Methoden

Großtechnisch hergestellte CNT verfügen aufgrund vielfältiger Strukturstörungen über eine Vielzahl materialspezifischer Charakteristika. Hinzu kommen zahlreiche Typen funktioneller Gruppen, wie sie beispielsweise für CNT-Komposite gezielt erzeugt werden sollen. Daraus resultieren hohe Anforderungen an eine umfassende Charakterisierung.



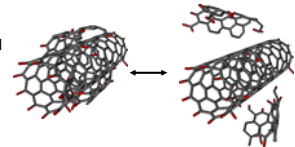
Die chemisch-funktionelle Charakterisierung von CNT soll durch Kombination von Derivatisierungsverfahren mit verschiedenen Analysemethoden (XPS, MAS-NMR, Elementaranalyse, Thermodesorption, FTIR, Titration etc.) erreicht werden. Ferner wird an der Entwicklung von Verfahren zur quantitativen Funktionalisierung von CNT gearbeitet, mit denen chemische Charakterisierungsverfahren validiert werden sollen.



### Ergebnisse und Diskussion

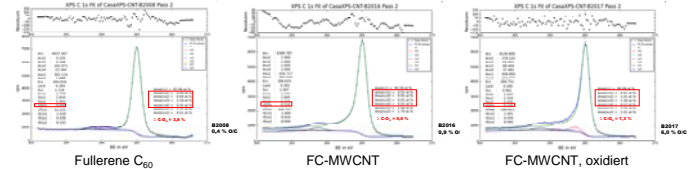
#### Titration:

- An oxidierten CNT kommt es zu dynamischen Adsorption-Desorptions-Prozessen amorpher Wandbeläge



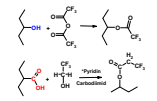
#### XPS:

- Eine verlässliche Interpretation von CNT XPS-Spektren erfordert ein gutes Verständnis der Asymmetrie des C-1s-Peaks



#### Derivatisierung:

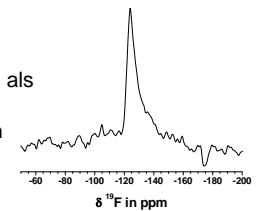
- Die Anwendbarkeit verschiedener Derivatisierungsverfahren befindet sich noch in der Evaluierungsphase
- Auf kommerziellen „OH-“ oder „HOOC-“CNT wurden weniger als 15% des Sauerstoffs in der versprochenen Funktionalität gefunden. Dies entspricht einer unselektiven Funktionalisierung



Probe	Namensformel	O/C %	FC %	Gruppendichte	O/C % aus OH und COOH	Derivatisierung
B2024	MWCNT-COOH	2,2	0,0	0,2 % -OH		TFAA
B2024-4hs	MWCNT-COOH	2,6	0,4	0,2 % -OH		TFAA
B2024-4hs	MWCNT-COOH	2,7	0,2	0,1 % -COOH	0,3 %	TFAA
B2025	MWCNT-COOH	5,4	0,0			TFAA
B2025-4hs	MWCNT-OH	5,6	1,2	0,4 % -OH		TFAA
B2025-4hs	MWCNT-OH	5,5	0,7	0,2 % -COOH	0,6 %	TFAA

#### Festkörper MAS-NMR

- Fluorhaltige CNT-Derivate erwiesen sich als <sup>19</sup>F-NMR-spektroskopierbar
- Erste Ergebnisse zu Fluor-derivatisierten CNT liegen vor



### Zusammenfassung

- Die Anforderungen an eine umfassende physikalisch-chemische Charakterisierung von CNT sind sehr hoch
- Die Möglichkeiten einer quantitativen chemischen Analytik sind noch sehr begrenzt
- Für die chemische Charakterisierung müssen die Ergebnisse verschiedener Analyseverfahren kombiniert werden, wobei meist nur Obergrenzen für die Konzentration chemischer Gruppen gewonnen werden
- Es fehlen quantitativ funktionalisierte Referenzmaterialien, die dringend für die Entwicklung chemischer Charakterisierungsverfahren benötigt werden
- Auf kommerziellen CNT dominieren derzeit zumeist noch vielfältige Strukturdefekte und unselektive Funktionalisierung

GEFÖRDEBT VOM



Bayer Technology Services



Bayer MaterialScience

