



Prüfbericht : B55 - 01

Institution : NNT Nanotechnology AG
Potsdamer Straße 4, Sony Center, D - 10785 Berlin
Partner : Herr Harald Heimes, Herr Selcuk Mentese
Email : selcuk.mentese@nnt-nanotechnology.com
Telefon / Fax : 030 - 8441 - 77 55 / - 79 73
Auftrag : Schreiben vom 11.07.2007
Probeneingang : 10.07.2007
Bearbeiter : Dr. M. Ermrich (Geschäftsführer)
Datum : 22.07.2007

Dieser Bericht enthält 3 Seiten inkl. 3 Abbildungen und 1 Anhang.
Die Aussagen beziehen sich ausschließlich auf das vorgelegte Probenmaterial.

Probe : 2 Flaschen Motoröladditiv BORPower S 250 zu je 250ml
Flasche 1, etikettiert Abbn. 1-3 Labor- Nr. #1108/07
Flasche 2, ohne Etikett Labor- Nr. #1109/07

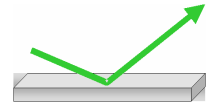
Art / Auftrag : Qualitative Phasenanalyse. Gibt es Anzeichen für eine Zweiphasigkeit ?
ggf. Abschätzung der Kristallitgröße(n)

Präparation : Der Inhalt der Flasche 1 wurde untersucht.
Die Extraktion des Pulvers aus dem Öl erfolgte in den Schritten:
- Zentrifugieren mit ca. 4000U/min. (15min.)
- 3x Auswaschen mit n-Heptan
- 8h Vakuumtrocknen bei 40°C
Das hellgraue Pulver enthält schwarze Partikel.
Für die Röntgenuntersuchungen wurde das Pulver in den Probenträger
gefüllt, die Oberfläche vorsichtig geglättet und gegen eine Schneide in
den Strahl justiert.

Messung : Reflexion, θ/θ - Diffraktometer, Cu- $K\alpha$, U = 40kV, I = 35mA
Graphit- Sekundärmonochromator, Szintillationszähler
Probenrotation
Blenden : 2 x 8mm, 0,8mm, 0,4mm
A) Winkelbereich (2Θ) / Schrittweite / Meßzeit : 20 - 80° / 0,04° / 4s
B) Winkelbereich (2Θ) / Schrittweite / Meßzeit : 37 - 78° / 0,05° / 35s

File : BORPower.raw, lang.raw auf daten\berlin\nnt\2007

Auswertung : Die qualitative Phasenanalyse erfolgt anhand des PDF set 56 der ICDD-
Datenbank PDF2 (2006).



Ergebnisse :

Die Abbildung 1 zeigt das komplette aufgenommene Beugungsdiagramm. Die PDF- Daten #9-12 des hexagonalen BN sind eingetragen. Die Kristallitgrößen werden mit dem Rietveld-Programm SiroQuant® und der Kenntnis der Standardhalbwertsbreite (Gerätefunktion) in der Größenordnung von 100nm bestätigt.

Das Material erscheint somit zunächst einphasig. In der anschließenden Langzeitmessung mit den Parametern B) deutet sich aber aufgrund unterschiedlicher Reflexbreiten eine zweite Phase über einen Reflex bei ca. $43,5^\circ$ an, s. Abbildungen 2 und 3. Der Winkelbereich $2\theta = 39,5^\circ - 46^\circ$ wurde daraufhin gefittet. Neben dem hexagonalen BN wird eine zweite Phase angesetzt (kubisch, Reflex (111), Gitterparameter a ca. $3,6\text{\AA}$). Die Anpassung der drei Reflexe liefert über die Auswertung der Halbwertsbreite HWB und die Anwendung der Scherrer Gleichung (s. Anhang 1) für diesen Reflex mit einer HWB von ca. 2° eine Kristallitgröße von ca. 4,5nm, sicher aber $< 10\text{nm}$. Der (220)- Reflex ist für die Auswertung zu intensivitätsschwach (vgl. Markierungen ‚o‘ in Abbildung 3).

Anmerkung: Ungünstigerweise überlagern sich die breiten Reflexe der kubischen Phase mit denen des hexagonalen BN. Der Phasennachweis wird über den Unterschied der HWB geführt.

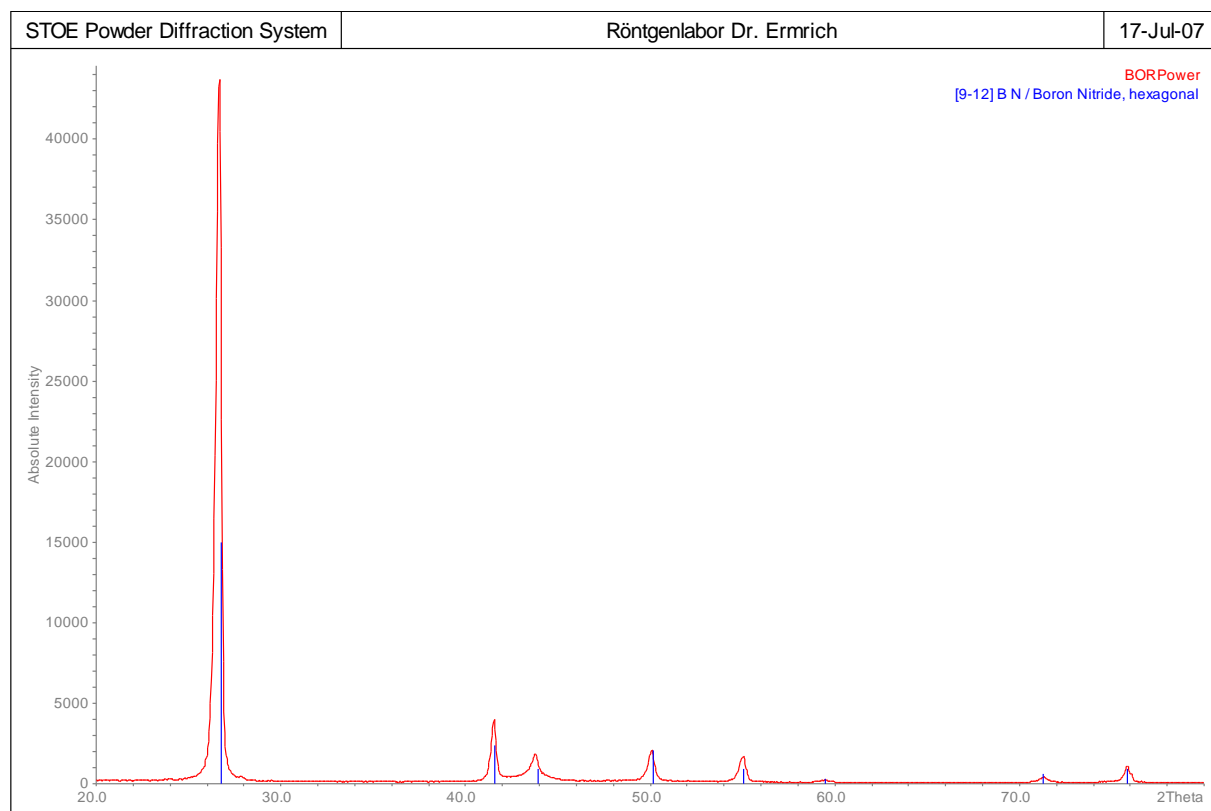


Abbildung 1 : Beugungsdiagramm und Phasenzuordnung der Probe BORPower, vgl. Text

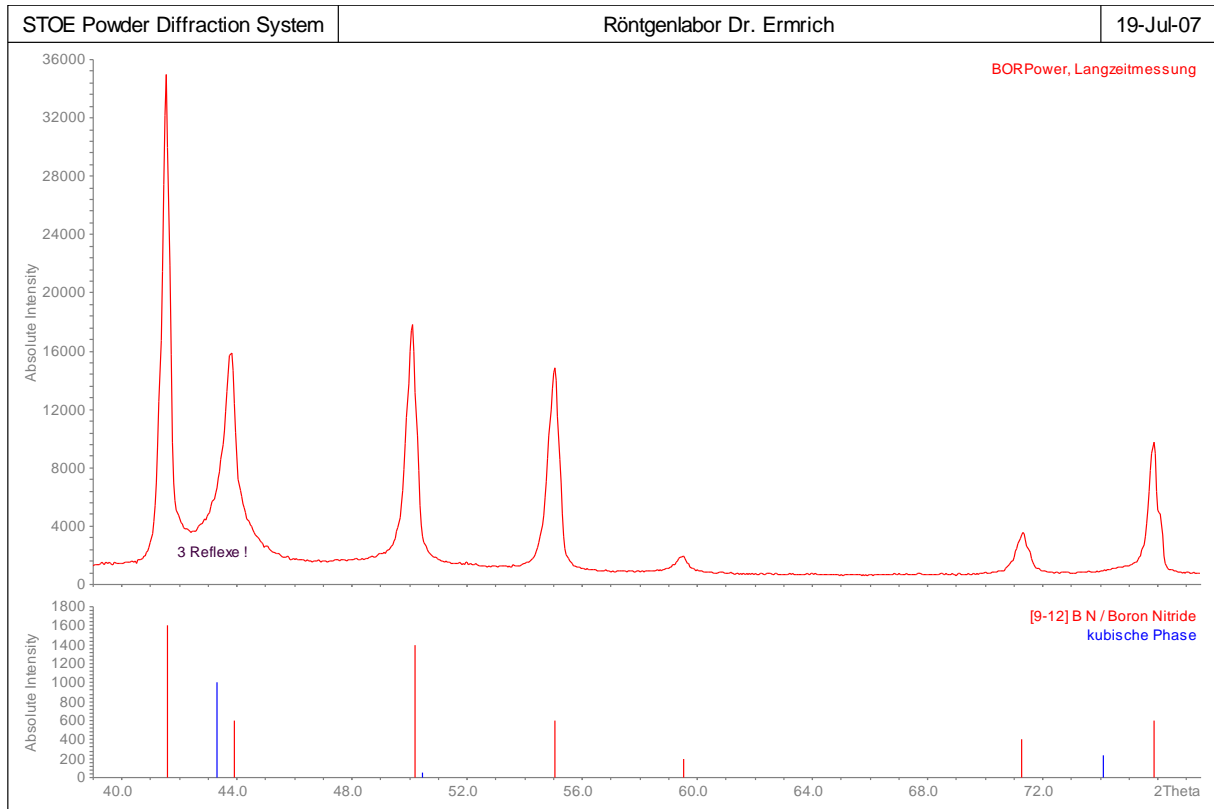
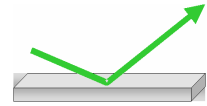


Abbildung 2 : Beugungsdiagramm und Diskussion einer zweiten, kubischen Phase, vgl. Text

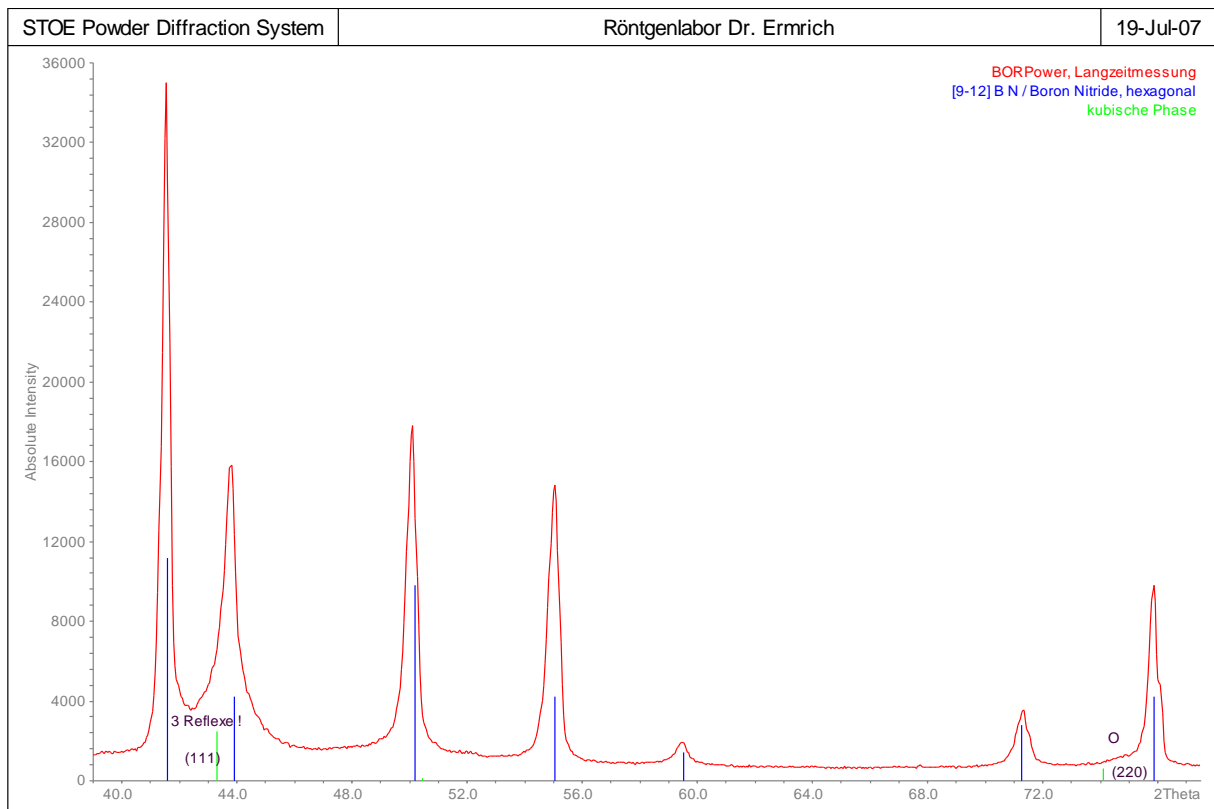


Abbildung 3 : Beugungsdiagramm und Diskussion einer zweiten, kubischen Phase, vgl. Text

