

## Herstellung mesoporöser SiO<sub>2</sub>- und TiO<sub>2</sub>-Nanopartikel im Miniemulsionsverfahren

Weiss, C. K., Ulm D, Roßmanith, R., Ulm D, Landfester, K., Ulm D

Clemens K. Weiss, Universität Ulm, Organische Chemie III, Albert-Einstein-Allee 11, 89069 Ulm

Mesoporöse Materialien können, wegen ihrer großen inneren Oberfläche, in vielen Bereichen der Chemie eingesetzt werden. Als Beispiele lassen sich Anwendungen als Trägermaterial für Katalysatoren oder Sorptionsmedien nennen. Einheitliche Nanopartikel aus diesen Materialien bieten eine einfache Handhabung und eröffnen darüber hinaus weitere Perspektiven, z. B. für den Einsatz als Wirkstoffträger.

Eine effektive Größenkontrolle bei der Herstellung der Partikel lässt sich durch ein neuartiges Sol-Gel-Verfahren erreichen. Durch den Einsatz einer inversen Miniemulsion wird die in der dispersen, wässrigen Phase stattfindende Sol-Gel-Reaktion auf ein „Reaktionsgefäß“ von ca. 1 µm beschränkt. Somit lässt sich die Partikelgröße der endgültigen SiO<sub>2</sub>-Partikel effektiv kontrollieren.

Die eingesetzte Precursorverbindung (Tetrakis(2-hydroxyethyl)orthosilicat (EGMS)) zeichnet sich im Gegensatz zu den in den herkömmlichen Verfahren eingesetzten Tetraalkoxiden durch eine hohe Wasserlöslichkeit aus. Dies ist für eine templatvermittelte Strukturierung der Partikel von größter Wichtigkeit, da Strukturierung, Hydrolyse und Kondensation in einem Homophasensystem stattfinden können, ohne die Verwendung weiterer Co-Lösungsmittel wie Ethanol.

Die Miniemulsion besteht typischerweise aus einer organischen kontinuierlichen Phase mit Poly(ethylen-*co*-butylen)-*b*-poly(ethylenoxid). Dieses Blockcopolymer dient als Stabilisator der dispergierten Phase. Diese besteht aus einem Templat-Tensid Cetyltrimethylammoniumbromid (CTAB) welches zusammen mit EGMS in salzsaurer, wässriger Lösung gelöst wird. Die Dispergierung kann durch verschiedene Verfahren durchgeführt werden, sie sich durch den Energieeintrag, die Homogenisierungsdauer und die resultierende Tröpfchengröße unterscheiden. Neben der Homogenisierung durch hochenergetisches Rühren sind das Membranverfahren und Ultraschall zum Einsatz gekommen.

Die erhaltenen Pulver wurden kalziniert, danach mit Röntgenbeugung und elektronenmikroskopisch untersucht. Einheitliche Silicapartikel mit Größen zwischen 60 und 120 nm konnten hergestellt werden. Der Einsatz von CTAB erzeugte eine hexagonale mesoporöse Strukturierung.

Analog konnte unter Verwendung wasserlöslicher Titan-Precursorverbindungen, z. B. Bis(2-hydroxyethyl)titanat (EGMT), TiO<sub>2</sub>-Nanopartikel in der Anatas-Modifikation hergestellt werden. Die Partikelgröße liegt ebenfalls im Bereich von 100 nm.