

Jauna metode nanokompozītu materiālu fizikālo parametru spektrālā sadalījuma noteikšanai

Projekts Nr. 2011/0001/2DP/2.1.1.1.0/10/APIA/VIAA/007/

5. etapa pētnieciskā darba rezultāti 01.08. 2012 – 31.12. 2012

ANOTĀCIJA

Projekta piektajā etapā turpināti rūpnieciskie pētījumi aktivitātēs 1.1., 1.2. un 1.3, izmantojot iepriekšējos etapos izveidotās mēriekārtas koloīdu magnetizācijas, termiski ierosināto struktūru un termiskās separācijas procesu dinamikas, kā arī magnetooptiskās anizotropijas mērījumiem. Vienlaikus tiek paplašināti eksperimentālie pētījumi aktivitātēs 2.1 un 2.2, galveno vērību pievēršot koloīdu paraugu elektronmikroskopisko datu spektrālanalīzei, kas turpmāk kalpos magnetogranulometriskās analīzes rezultātu izvērtēšanai. Piektajā etapā iegūti sekojoši rezultāti:

1. Publicēts 1 raksts SCI žurnālā [1], akceptēti publicēšanai 2 raksti [2, 3] (tajos apkopoti 10. Starptautiskajā termodifūzijas konferencē Briselē ziņotie rezultāti), **(aktivitāte 3.2.)**
2. Veikta iepriekšējā etapā iegūto termoforētiskās separācijas mērījumu rezultātu analīze. Nanodaļiņu nestacionārā separācija caur neizotermisku ferošķidruma slāni ar caurlaidīgām robežām pakļaujas eksponenciālai laika funkcijai. No eksponenciāli uzņemtās līknes parametriem (relaksācijas laiks un daļiņu separācijas asimptotiskais līmenis) iespējams noteikt nanodaļiņu difūzijas un Soret koeficientus. Mērījumos bez magnētiskā lauka atrastās difūzijas un termodifūzijas koeficientu vērtības labi saskan ar datiem, kas iegūti no optiski ierosināto struktūru relaksācijas mērījumiem. Magnētiskais lauks izsauc jūtamu efektīvā difūzijas koeficienta pieaugumu un Soret koeficienta samazināšanos. Relatīvi nelielos laukos novērota pat termoforētiskās separācijas virziena maiņa. Atrasta asimptotiskā negatīvā magnētiskā Soret koeficienta vērtība. Termomagnetodifūzīvās separācijas piesātinājumu var izskaidrot ar magnetoforētiskā efekta piesātināšanos koloīdā ar negatīvu piromagnētisko koeficientu. Noskaidrots, ka novērotos magnētiskā lauka efektus var izskaidrot ar savdabīgas termomagnētiskās mikrokonvektīvās separācijas ietekmi. Mikrokonvekciju izraisa ferokoloīda slāni ierobežojošo caurlaidīgo nemagnētisko sienu tīklu elementi [2] **(aktivitātes 1.3. un 2.2).**

3. Veikti optiski ierosinātu nanodaļiņu struktūru relaksācijas pētījumi vāji koncentrētā magnētiskā koloīda plānā slānītī. Difraktētais signāls no fotoabsorptīvās koncentrācijas struktūras tās formēšanās stadijā būtiski atšķiras no tā, kuru nosaka nanodaļiņu gradientā difūzija, termoforēze un magnetoforēze kā vienīgie ietekmes faktori. Novērotās īpatnības tiek interpretētas ar magnētiskās konvekcijas ietekmi, kuru rada koncentrācijas lauka perturbāciju sadarbība ar demagnetizējošā lauka gradientu, kas veidojies ārējā magnētiskā lauka ietekmē. Skaitliskās simulācijas, kas veiktas, ņemot vērā koncentrācijas magnētiskās konvekcijas rašanos fotoabsorpcijas ietekmē, ļauj kvalitatīvā līmenī izskaidrot novērotā difrakcijas signāla izmaiņas termodifuzīvo struktūru veidošanās laikā [3] **(aktivitāte 1.3.)**
4. Veikti analītiski pētījumi par polidispersu koloīdu nanodaļiņu separāciju homogēna sedimentācijas spēka ietekmē. Atrasts nestacionāras viendimensionālas sedimentācijas uzdevuma risinājums. Izvērtēti nosacījumi, pie kuriem izmantojamas tuvinātas aproksimācijas: robežslāņa tuvinājums separācijas procesa sākumstadijā un asimptotisks stacionārs koncentrācijas sadalījums ilgstošā separācijas procesā. Izmantojot nanodaļiņu sedimentācijas ātruma novērtējumu Stoksa tuvinājumā (ignorējot Batčelora korekcijas) novērtēta polidispersu ansambļu lognormāla nanodaļiņu izmēru sadalījuma evolūcija pie dažādām sedimentācijas parametra vērtībām atkarībā no separācijas laika. Noskaidrots, ka gravitācijas sedimentācijas ietekme ferokoloīdos izteikta ļoti vāji, turpretī centrifugālā un augstgradienta magnētiskā sedimentācija izsauc jūtamas nanodaļiņu koncentrācijas un to izmēru sadalījuma funkcijas izmaiņas. Magnētiskās separācijas gadījumā selektivitāte attiecībā uz nanodaļiņu izmēriem lielāka nekā centrifugālās separācijas gadījumā. Analītiski aprēķinātās izmēru dispersijas funkciju izmaiņas separācijas procesā saskan ar eksperimentāliem rezultātiem, kas iegūti, nosakot daļiņu izmēru sadalījumu vieglajās un smagajās koloīdu frakcijās ar magnetogranulometrijas metodi [4] **(aktivitātes 1.1, 1.3 un 2.2).**
5. Izstrādāta metode ferokoloīdu paraugu elektronmikroskopisko uzņēmumu elektroniskai statistiskai apstrādei ar mērķi noteikt nanodaļiņu izmēru statistisko sadalījumu. Pirmatnējā uzņēmumu apstrāde veikta, izmantojot brīvpieejas GIMP programmu ar mērķi sagatavot uzņēmumus elektroniskai statistiskai apstrādei. Lai minimizētu kļūdīšanās iespējas, identificējot tuvu atrodošās daļiņas, analizējamo ansambļu izvēle tiek kritiski izvērtēta ar roku. Tālākā attēlu statistiskā apstrāde tiek izdarīta elektroniski ar brīvpieejas programmu *ImageJ*, papildus izmantojot speciāli izveidotu palīgprogrammatūru, kas rakstūta *python* valodā. Katrā atsevišķā gadījumā izvērtēts nepieciešamais daļiņu skaits, lai iegūtu statistiski ticamu rezultātu. Ar izstrādāto metodi un programmatūru veikta dažādu heptāna un transfomātoru eļļas bāzes magnētisko šķidrumu paraugu analīze. To elektronmikroskopiskie attēli iegūti Uzņēmuma līguma Nr.24/1S05 ietvaros. Ar mikroskopu tikuši uzņemti 63 attēli. Apstrādes vajadzībām izmantoti 63 attēli, pie tam katrs no tiem sadalīts trīs fragmentos, kopā veidojot 189 attēlus. Iegūts apsekoto paraugu nanodaļiņu fizikālo izmēru sadalījums. Vienlaikus izdarīti paraugu magnetogranulometriskie mērījumi, tādējādi nodrošinot iespēju

turpmākai datu salīdzināšanai un granulometrisko rezultātu izvērtēšanai [5] (aktivitātes 1.1. un 2.1).

Pielikumi

1. A. Mezulis, M. Maiorov, O. Petricenko, Thermodiffusion motion of electrically charged nanoparticles, *Central European J. Physics*, Vol. **10** (2012) No. 4 , pp. 989-994, DOI: 10.2478/s11534-012-0025-z
<http://www.springerlink.com/content/16141140th221134/>
2. E. Blums, V. Sints, G. Kronkalns, A. Mežulis, Non-isothermal separation of ferrofluid particles through grids: abnormal magnetic Soret effect, *Comptes Rendus*, (accepted).
3. D. Zablotsky, A. Mezulis, E. Blums, Convective stability of photoinduced microstructures in ferrofluid layers, *Comptes Rendus*, (accepted).
4. Approximate analysis of separation of polydisperse colloids, atskaite, E. Blūms, M. Majorovs.
5. Nanodaļiņu izmēru sadalījuma noteikšana no transmisijas elektronmikroskopijas uzņēmumiem, atskaite, V. Šints.