

## Jauna metode nanokompozītu materiālu fizikālo parametru spektrālā sadalījuma noteikšanai

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

**8. etapa pētnieciskā darba rezultāti**  
**01.09. 2013 – 31.12. 2013**

### ANOTĀCIJA

Projekta astotajā etapā tiek veikti nepieciešamie papildus pētījumi aktivitātēs 1.1., 1.2. un 1.3., izmantojot iepriekšējos etapos izveidotās mēriekārtas koloīdu magnetizācijas, termiski ierosināto struktūru un termiskās separācijas procesu dinamikas pētījumiem. Vienlaikus tiek veikti eksperimentālie pētījumi aktivitātēs 2.1 un 2.2., galveno vērību pievēršot koloīdu paraugu nanodaļiņu izmēru izvērtēšanai no magnetizācijas, magnetooptiskā un termisko struktūru relaksācijas signāla spektrālanalīzes, kā arī izstrādājot datorprogrammas relaksējošu signālu un magnetizācijas līkņu spektrālā sastāva noteikšanai.

1. Publicēti 4 raksti SCI žurnālos par optiski ierosinātu termodifūzijas struktūru stabilitāti [1], nanodaļiņu gravitācijas sedimentāciju [2] , termoforētisko separāciju porainā slānī [3] un temperatūras jūtīgo ferokoloīdu fizikālām īpašībām [4]. (**Aktivitāte 3.2.**)
2. Sistematizēti dati par magnētisko šķidrumu īpašībām paraugiem, kas sintezēti šī ERAF projekta vajadzībām. Iegūti gan magnetītu saturoši koloīdi, gan arī vairāki tādi paraugi, kas satur kompleksos ferītus ar paaugstinātām piromagnētiskām īpašībām. Lai nodrošinātu koloīdu stabilitāti, paraugi pakļauti dažādām tehnoloģiskām procedūrām (centrifugālā separācija, stipra gradiента magnētiskā separācija, filtrēšana kapilāri- porainās membrānās), atsevišķu eksperimentu vai pielietojumu vajadzībām izvēlēti vairāki nesējšķidrumi (piesātinātie lineārie oglūdeņraži  $C_nH_{n+2}$ , ēsteri, polisiloksāni, eļļas), bet kā virsmas aktīvās vielas blakus oleīnskābei vairākos gadījumos izmantotas arī laurīnskābe vai oktadekanols [5]. Sintezētie paraugi izmantoti eksperimentāliem pētījumiem aktivitātēs 1.1., 1.2. un 1.3., kā arī atstrādājot mērījumu granulometriskās analīzes metodes aktivitātēs 2.1 un 2.2. Jaunās

magnetogranulometriskās metodes pārbaudei papildus iepriekšminētiem paraugiem sinteziņi speciāls magnētiskā šķidrumu paraugs DF-113 R [6] ar lielu magnētisko sadarbību (**Aktivitātes 1.1. , 2.1 un 4**).

3. Veikti magnetooptiskās relaksācijas mērījumi ferokoloīda parauga frakcijās, kas iegūtas gravitācijas sedimentācijas un augstgradienāta magnētiskā separācijas ceļā. Sedimentācijas vieglās frakcijas signāla relaksācija notiek lēnāk nekā smagajā frakcijā, bet magnētiskās separācijas ceļā iegūtajā smagajā frakcijā magnetooptiskais signāls relaksē daudz straujāk [7]. Izdarot izmērīto relaksācijas līkņu granulometrisko analīzi ar jaunizstrādāto spektrālās analīzes metodi [10], noskaidrots, ka sedimentācijas procesa analīzei var izmantot nanodaļiņu kustības likumu parastajā Stoksa tuvinājumā. Magnētiskās separācijas gadījumā smagās frakcijas relaksācijas spektrs ir bimodāls, tas satur divus maksimumus. Lielāko relaksāciju laiku maksimumam atbilstošais nanodaļiņu vidējais izmērs aptuveni atbilst tam, kas novērtēts no sedimentācijas procesā iegūto subfrakciju relaksācijas mērījumiem, turpretī otrs spektra maksimums zemāko laiku rajonā, kas atbilst lielākiem nanodaļiņu izmēriem, acīmredzot izskaidrojams ar nesfērisku nanodaļiņu klātbūtni koloīdā. (**Aktivitātes 1.2. un 2.2**).
4. Veikti kompleksi magnīzācijas, magnetogranulometrijas un dinamiskās gaismas izkliedes pētījumi viena koloīda dažādās modifikācijās, atšķaidīšanas ceļā mainot nanodaļiņu koncentrāciju. Noskaidrota korelācija starp nanodaļiņu koncentrācijas un vidējā izmēra vērtībām, kas iegūtas, analizējot dažādo koloīda frakciju magnētiskos mērījumus, blīvuma izmaiņas un dinamisko gaismas izkliedi. Šādā ceļā noskaidrota koloīda nanodaļiņu koncentrācija, virs kuras magnetīzācijas līknes aprakstam nav spēkā Lanževena līkņu superpozīcijas tuvinājums un granulometriskā sadalījuma spektrālai analīzei nepieciešams ķemt vērā nanodaļiņu magnētisko sadarbību [8]. (**Aktivitātes 1.1 un 2.2**).
5. Veikta elektronmikroskopisko un magnetogranulometrisko mērījumu salīdzinoša analīze [9]. Elektronmikroskopija piemērojama vienīgi vāji koncentrētiem koloīdiem, tādējādi rezultātu salīdzināšanai izmantojami dati, kas iegūti vienkāršas Lanževena līkņu superpozīcijas tuvinājumā. Noskaidrots, ka vienmodāla un aptuveni lognormāla nanodaļiņu izmēru sadalījuma gadījumā magnetogranulometriskie rezultāti labi korelē ar elektronmikroskopisko uzņēmumu statistiskās apstrādes rezultātiem, turpretī paraugiem ar bimodālu nanodaļiņu izmēru sadalījumu magnetogranulometriskie rezultāti jūtami atšķiras no elektronmikroskopiskajiem. Iespējams, šajos gadījumos vienlaikus ar nanodaļiņu fizisko izmēru atšķirībām koloīdos pastāv arī magnētisko īpašību

atšķirības, kas saistītas ar nanodaļiņu fāzu sastāva izmaiņām (**Aktivitātes 1.3 un 2.1**).

6. Izstrādāta nanokoloīdu separācijas vai magnetooptiskās relaksācijas procesu spektrālās analīzes metode un programmnodrošinājums nanokoloīdu izmēru sadalījuma noteikšanai. Metode pārbaudīta, analizējot gan elektroniski definētas spektrālā sadalījuma testa funkcijas, gan reālas signālu relaksācijas līknes, kas iegūtas termodifuzīvās separācijas vai magnetooptiskās anizotropijas relaksācijas eksperimentos [10]. (**Aktivitāte 2.2**).
7. Izstrādāts programmnodrošinājums ferokoloīdu magnetogranulometriskai analīzei paaugstinātas koncentrācijas nanokoloīdiem, papildus Lanževena superpozīcijas tuvinājumam vietā ņemot vērā arī nanodaļiņu magnētisko sadarbību vidēja lauka teorētiskā modeļa ietvaros un nosakot sadarbības parametru un efektīvo lauka konstanti no magnētiskās uzņēmības mērījumiem pie dažādām parauga temperatūrām. Metode aprobēta, apsekojot augsti koncentrētus lielu nanodaļiņu saturošus ferokoloīdus [11], (**Aktivitātes 2.1. un 4.**).
8. Iegūts LR patents Nr. 14717 „Magnētisko daļiņu sadalījuma pa izmēriem noteikšanas paņēmiens magnētiskā dispersijā”, Latvijas Universitātes Fizikas institūts, LU aģentūra, autori M. Majorovs, D. Zablockis, E. Blūms, publicēts 20.09.2013 [12] (**Aktivitāte 4**).

## Pielikumi

1. D. Zablotsky, E. Blums, Enhancement of Mass Transfer through Convective Symmetry Breaking in Photoabsorptive Concentration Gratings in Thin Ferrofluid Layers, *Magnetohydrodynamics*, Vol. **49** (2013), No. 3/4, 425-429.
2. A. Mežulis, E. Blums, M. Maiorov, A. Lickrastina, Sedimentation of Interacting Nanoparticles, *Magnetohydrodynamics*, Vol. **49** (2013), No. 3/4, pp. 416–420.
3. E. Blums, V. Šints, A. Mežulis, G. Kroņkalns, New Problems of Mass Transport in Magnetic Fluids, *Magnetohydrodynamics*, Vol. **49** (2013), No. 3/4, pp. 360-367.
4. G. Kronkalns, M. Kodols, M.M. Maiorov, Change of Structure, Composition and Magnetic Properties of Ferrofluid Nanoparticles after Separation, *Latvian Journal of Physics and Technical Science*, **50** (2013), 4, 56 - 61
5. G. Kroņkalns, Magnētisko šķidrumu paraugu sintēze dažādu praktisku potenciālu pielietojumu vajadzībām, 5 lpp.
6. G. Kroņkalns Magnētiskā šķidruma paraugs ar lielu daļiņu sadarbību, 1 lpp.

7. M. Maiorov, A. Mezulis. The Relaxation Time of the Ferrofluid Optical Anisotropy as an Indicator of the Ferrite Nanoparticles Fractionation, 5 pages
8. M. Maiorov. Dependence of the ferrofluid magnetic granulometry results on the particle concentration: comparison of magnetic and DLS measurements, 10 pages.
9. V. Šints. Nanodaļiņu izmēru spektrālais sadalījums: elektronmikroskopisko un magnetogranulo-metrisko rezultātu salīdzinājums, 1 lpp.
10. M. Majorovs. Rimstošu procesu relaksācijas laiku spektra noteikšana ar mazāko kvadrātu metodi, (Metode, programmas apraksts un realizācija) , 6 lpp.
11. M. Majorovs Magnetizācijas līknes matemātiskā analīze, (Metode, programmas apraksts un realizācija), 10 lpp.
12. LR patents Nr. 14717 „Magnētisko daļiņu sadalījuma pa izmēriem noteikšanas paņēmiens magnētiskā dispersijā”, Latvijas Universitātes Fizikas institūts, LU aģentūra, autori M. Majorovs, D. Zablockis, E. Blūms, publicēts 20.09.2013.