

Jauna metode nanokompozītu materiālu fizikālo parametru spektrālā sadalījuma noteikšanai

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

7. etapa pētnieciskā darba rezultāti
01.05.2013 – 31.08. 2013

ANOTĀCIJA

Projekta septītajā 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 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, kas turpmāk kalpos magnetogranulometriskās analīzes rezultātu izvērtēšanai. Septītajā etapā iegūti sekojoši rezultāti:

1. Sagatavots, iesniegts un akceptēts publicēšanai 1 raksts SCI žurnālā [1] (**Aktivitāte 3.2.**). Veikti pētījumi par sintēzes tehnoloģisko parametru ietekmi uz dzelzs oksīdus saturošu organosolu fizikāli-ķīmiskām īpašībām un dispersijas parametriem. Magnētiskās nanodaļiņas sintezētas, izmantojot ķīmiskās līdzsēdināšanas metodi ar amonija hidrosksīdu no ferro-ferri sāļiem molu attiecībā 2:1 pie dažādām temperatūrām. Sākotnējie paraugi frakcionēti ultracentrifūgā un/vai augstgradienta magnētiskās separācijas ceļā. Iegūtās subfrakcijas analizētas, izmantojot rentgenstaru difrakcijas analīzi, dinamiskās gaismas izkliedes mērījumus, transmisijas elektronmikroskopiju un magnētiskos mērījumus. Parādīts, ka centrifugālās un magnētiskās separācijas ceļā var izmainīt nanodaļiņu vidējos izmērus un dispersijas līkņu parametrus. Magnētiskām nanodaļiņām, kas sintezētas pie paaugstinātām izsēdināšanas temperatūrām, raksturīga izjaukta oksīdu kristāliskā struktūra un kompozīcija, magnetīta saturs tajās mazinās un pastiprināti veidojas maghemīts vai goetīts (**Aktivitāte 1.1.**).
2. Veikti magnētisko nanokoloīdu magnetooptiskās anizotropijas relaksācijas pētījumi atkarībā no uzliktā magnētiskā lauka intensitātes. Teorētiskie apsvērumi liecina, ka pie pētījumos izmantotā koloīda nanodaļiņu vidējā izmēra (12 nm) magnētiskās dubultlaušanas relaksācijai jābūt atkarīgai no uzliktā lauka lieluma. Toties eksperimentālās signāla relaksācijas līknes šādu atkarību no magnētiskā lauka neuzrāda. No tā izdarīts secinājums, ka magnētisko dubultlaušanu koloīdā nosaka nevis individuālas nanodaļiņas, bet gan to agregāti ar ievērojami lielākiem

izmēriem un telpisko anizotropiju [2]. Šo secinājumu apstiprina arī viena parauga salīdzinoši granulometriskie pētījumi, kas izdarīti, balstoties uz koloīda magnetizācijas līknes spektrālo analīzi, kā arī gaismas dinamiskās izkliedes un magnētooptiskās anizotropijas relaksācijas mērījumiem. Optiskā signāla relaksācijas līknes spektrālā analīze atbilst daļiņu izmēram, kas gandrīz 6 reizes pārsniedz vidējo nanodaļiņu izmēru, ko nosaka koloīda magnetizācijas līkne [3]. Vienīgais izskaidrojums tam ir nanodaļiņu anizotropu aglomerātu eksistence koloīdā. Līdzīgi secinājumi iegūti, salīdzinot nanodaļiņu rotācijas difūzijas koeficienta vērtību, kas iegūta no magnētooptiskiem mērījumiem, ar gradientās difūzijas koeficienta vērtību, kas atbilst koloīda un šķīdinātāja robežvirsmas izplūšanai laikā [4]. (**Aktivitātes 1.2. un 2.2**)

3. Veikti lielāku nanodaļiņu izmēru un paaugstinātas koncentrācijas koloīdu magnetizācijas mērījumi atkarībā no parauga temperatūras ar mērķi novērtēt nanodaļiņu savstarpējās magnētiskās sadarbības ietekmi uz koloīda summāro magnetizāciju. Par teorētisko bāzi izvēloties nanodaļiņu ansambļa magnetizācijas vidējā efektīvā lauka modeli, atrasta lineāra teorētiska sakarība, kuras koeficienti nosakāmi eksperimentālā ceļā. Šādas mērījumu rezultātu aproksimācijas ceļā iespējams novērtēt magnetizācijas efektīvā lauka konstanti. Tam nolūkam nepieciešami summārās sakotējās magnētiskās uzņēmības mērījumi pie dažādām temperatūrām. Sadarbības parametra noteikšanai papildus nepieciešamas arī magnētiskā materiāla piesātinājuma magnetizācijas un piromagnētiskā koeficienta vērtības, kā arī tilpuma termiskās izplešanās koeficients. Analizējot mērījumus, kas izdarīti temperatūru intervālā no 150 K līdz 300 K apstiprināta prognozētās līknes linearitāte un novērtēta koloīda nanodaļiņu magnētiskās sadarbības parametra vērtība [5]. Sadarbības parametra novērtēšanai lietderīgāk izmantot magnetizācijas mērījumus pie paaugstinātām temperatūrām, jo zemu temperatūru gadījumā koloīdā specifisku fāzu pāreju ietekmē var tikt novērotas atkāpes no procesa analīze izmantotā koloīda superparamagnētiskā modeļa (**Aktivitāte 2.2**).
4. Veikti nanodaļiņu termodifūzīvās separācijas pētījumi plakanā porainā slānī ar slēgtām virsmām. No stacionārā režīmā iegūtā eksponenciālā daļiņu koncentrācijas sadalījuma slāņa šķērsgrīzumā novērtēts efektīvais termiskās separācijas parametrs un Soret koeficients. Iegūts negaidīts rezultāts, kas liecina par būtisku nanodaļiņu termoforētiskās pārnese samazināšanos (vairākas reizes!) porainajā vidē [6]. Homogēns magnētiskais lauks, ja tas vērsts temperatūras gradienta virzienā, samazina nanodaļiņu termiskās pārnese intensitāti saskaņā ar esošiem teorētiskajiem priekšstatiem. (**Aktivitāte 1.3**). Nepieciešami papildus eksperimentāli termoforētiskās separācijas pētījumi slānītī, apsekojot jaunus speciāli sintezētus ferokoloīdu paraugus ar zemākām Soret koeficienta sākotnējām vērtībām, kā arī veicot tiešus nanokoloīdu osmotiskā spiediena mērījumus.
5. Sagatavots patenta pieteikums „Magnētisko daļiņu sadalījuma pa izmēriem noteikšanas paņēmieni magnētiskā dispersijā”, autors M. Majorovs, līdzautori D. Zablockis un E. Blūms [7]. Pieteikums balstās uz iepriekš formulētiem teorētiskiem priekšstatiem un projekta eksperimentālo pētījumu rezultātiem (**Aktivitātes 1.1 un 2.1**), t.sk. tiem, kas iegūti šajā pārskata periodā [5]. Patentu

meklējumi, pieteikuma pretenzijas formulējums un pieteikuma noformējums veikti SIA „Aģentūra TRIA ROBIT” (**Aktivitāte 4**)

Pielikumi

1. 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* , accepted for publication, 7 pages .
2. M. Majorovs. Koloīdu optiskās relaksācijas atkarība no magnētiskā lauka impulsa amplitūdas, 4 lpp.
3. M. Maiorov. Comparison of Colloid Granulometry Spectra Reconstructed from Magnetization, Light Dynamic Scattering and Magneto optic Measurements, 1 page.
4. M. Maiorov. Rotary and Gradient Diffusion of Colloidal Particles: Comparison of Measurement Results, 3 pages.
5. M. Maiorov. The determination of local magnetic field from magnetization measurements at various temperatures, 4 pages.
6. V. Šints. Nanodaļiņu termoforētiskā separācija plānā porainā slānītī, 10 lpp.
7. Patenta pieteikums “Magnētisko daļiņu sadalījuma pa izmēriem noteikšanas paņēmiens magnētiskā dispersijā”, autori: M. Majorovs, D. Zablockis, E. Blums, ar pielikumiem kopā 12 lapas.