

Методика проведения измерений размеров наночастиц водных неорганических суспензий

Актуальность работы

Кафедра Фотоники и Оптоинформатики включает научно-образовательный кластер «Физико-химическое конструирование наноматериалов», обладающий оборудованием для получения неорганических наночастиц различного состава методом гидротермального синтеза.

Для оценки размеров наночастиц кафедра располагает оборудованием: Анализатор размеров частиц. Принцип измерения основан на динамическом рассеянии света.

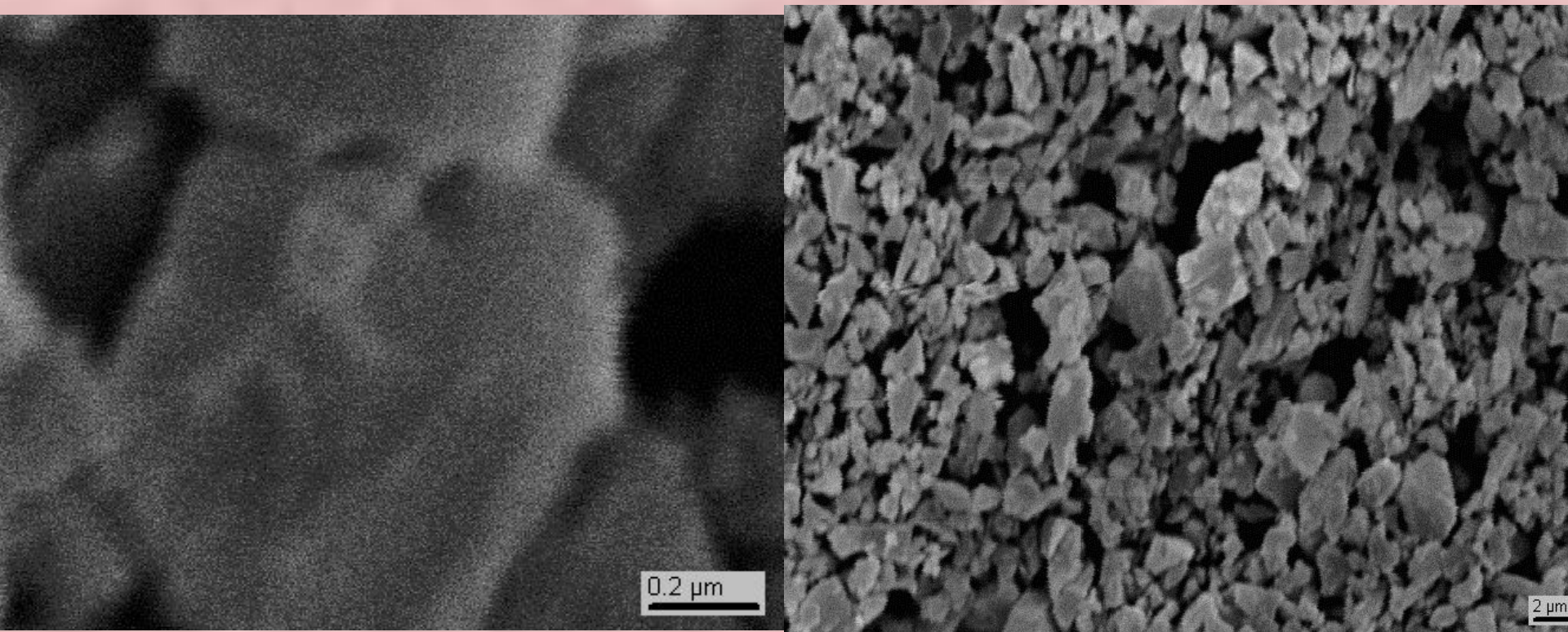
Объект исследования



Методика проведения эксперимента



Электронные фотографии частиц тонкодисперсного кварца



Метод динамического рассеяния света и его реализация в приборе Horiba LB-550

Метод динамического рассеяния света основан на анализе характера рассеяния пучка излучения, прошедшего через образец, и используется для определения размеров частиц.

Реализация метода в приборе Horiba LB-550.

Преимущества:

- Достаточно высокая скорость получения данных.
- Легкость подготовки образцов.
- Возможность исследования суспензий частиц вещества с различной концентрацией в широком диапазоне изменения их размеров.

Недостатки:

Предполагается, что все исследуемые частицы имеют сферическую форму. Результаты обработки эксперимента не содержат информации о реальной форме частиц.

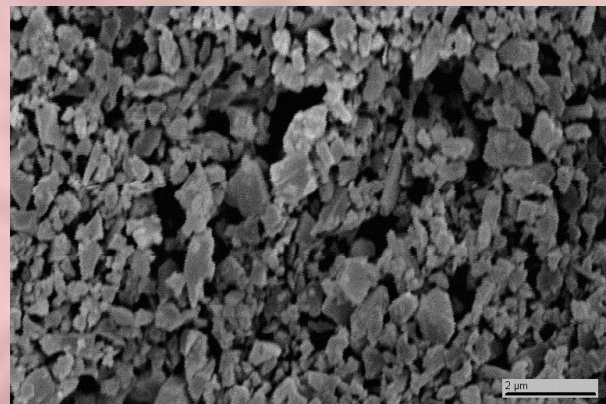
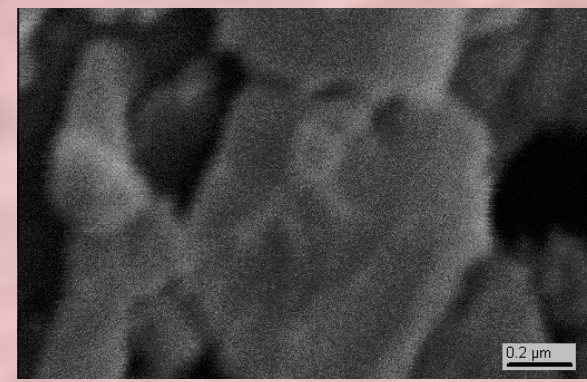
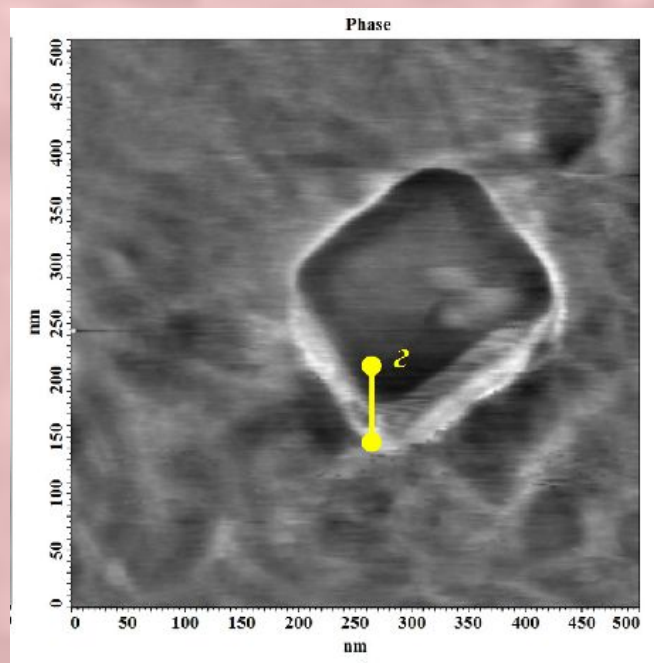
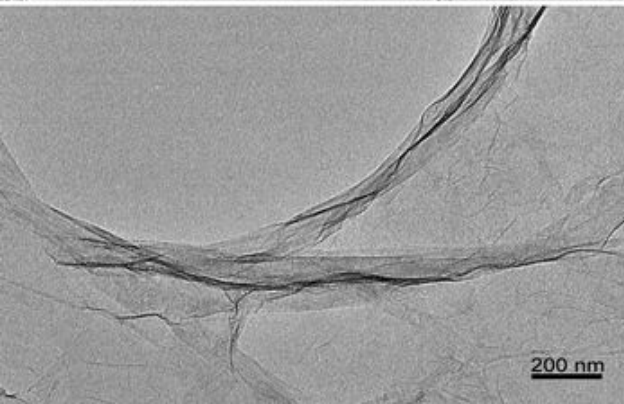
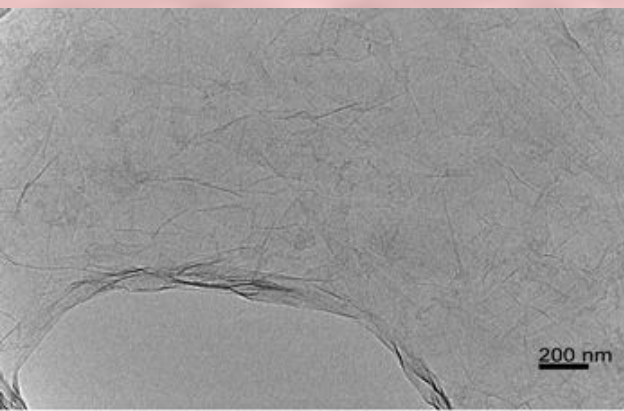


Объекты исследования – водные суспензии частиц

	Оксид графена (*)	Бемит (**), γ -AlO(OH)	Диоксид кремния, SiO ₂
Толщина, нм	1	25-40	100-500
Ребро, нм	200-500	100-400	100-900
Хар. отн-е	200-500	2,5-16	~1

Примечание Тонкие пластины Пластины Компактная форма

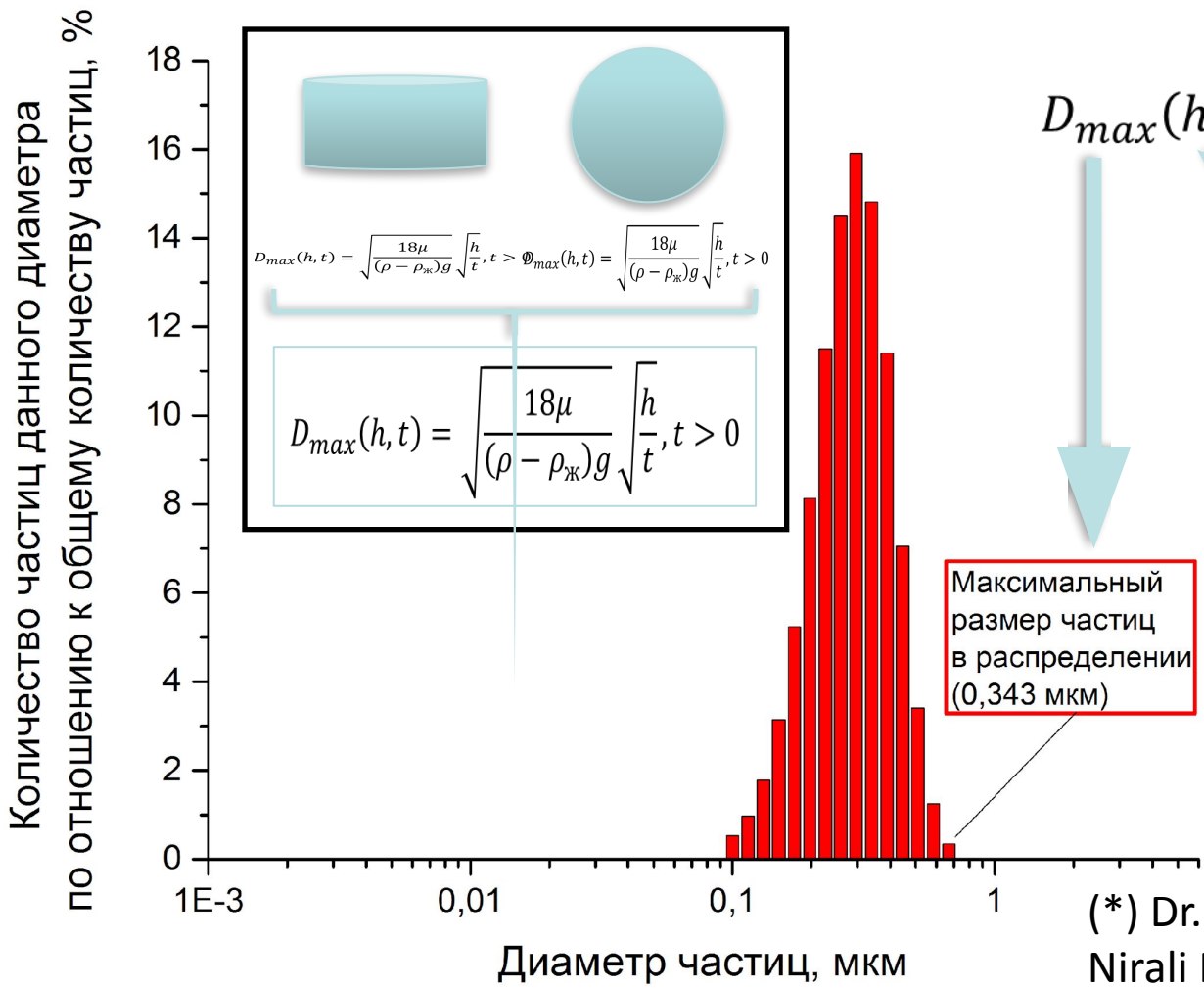
(**) Кириллова С.А., Смирнов А.В., Федоров Б.А., Альмяшев В.И., Красилин А.А., Бугров А.Н., Гареев К.Г., Грачева И.Е. Морфология и размерные параметры нанокристаллов бемита, полученных в гидротермальных условиях // Наносистемы: физика, химия, математика. 2012. Т. 3, №4. С.101-113.



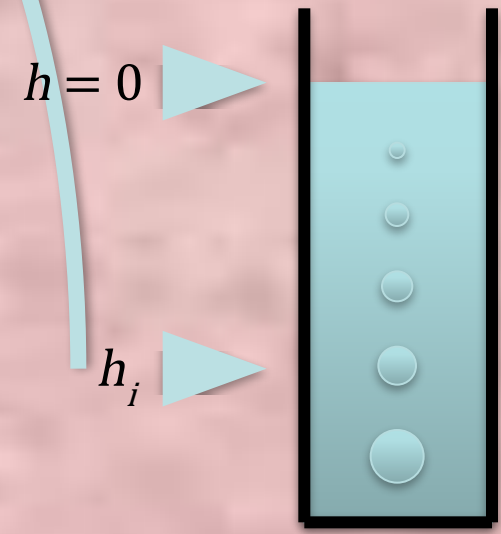
Методика исследования

При помощи прибора Horiba LB-550 можно исследовать седиментацию частиц в суспензии.

Распределение частиц в суспензии по размерам в процессе седиментации зависит от формы этих частиц.



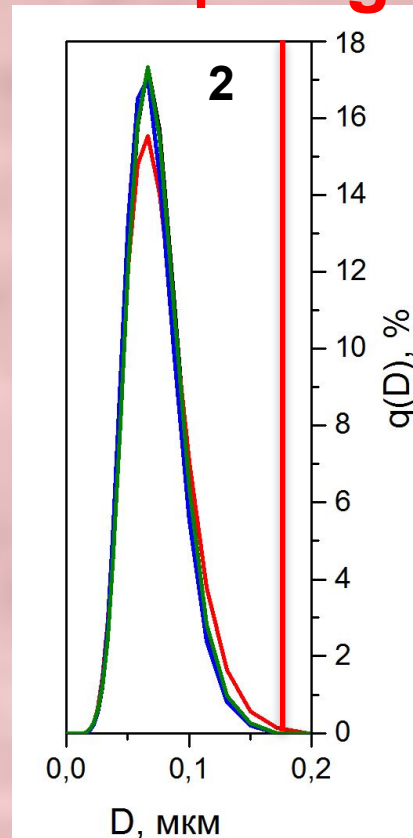
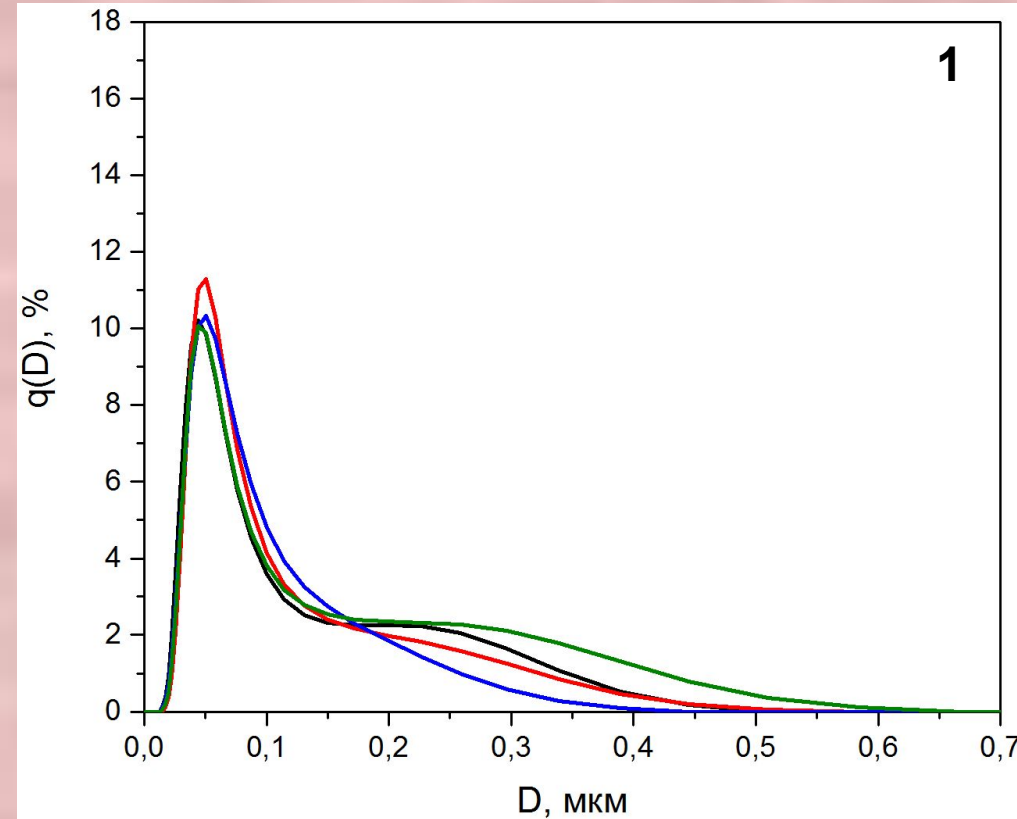
$$D_{max}(h, t) = \sqrt{\frac{18\mu}{(\rho - \rho_{ж})g}} \sqrt{\frac{h}{t}}, t > 0^{(*)}$$



(*) Dr. U. B. Hadkar. Physical Pharmacy. Nirali Prakashan, 2007. 314 p.

Экспериментальные данные (*)

Коллоидные частицы Ag



Исходное состояние

$t = 0$

$h = ??$ мм

$t_{\text{седим.}} = 21$ сут

- Выявлено совпадение значений максимального размера частиц в распределении, полученных на приборе Horiba LB-550 и рассчитанных по теоретической зависимости. ???

h, мм	$(D_{\text{max}})_{\text{теор.}}$, нм
10	34
20	48
30	59
40	68
50	76

D_{max} , нм	h, мм
100	87
120	125
140	170
160	223
180	282

(*) Экспериментальные данные получены Долгушевским Константином

Анализатор размера частиц Horiba LB – 550



Технические характеристики прибора:

- ❖ Принцип измерения: основан на динамическом рассеянии света;
- ❖ Диапазон размера частиц: от 1 нм до 6 мкм;
- ❖ Количество пробной жидкости необходимой для измерения: от 2 мл до 4 мл;
- ❖ Источник излучения: лазерный диод 650 нм, 5 мВт.

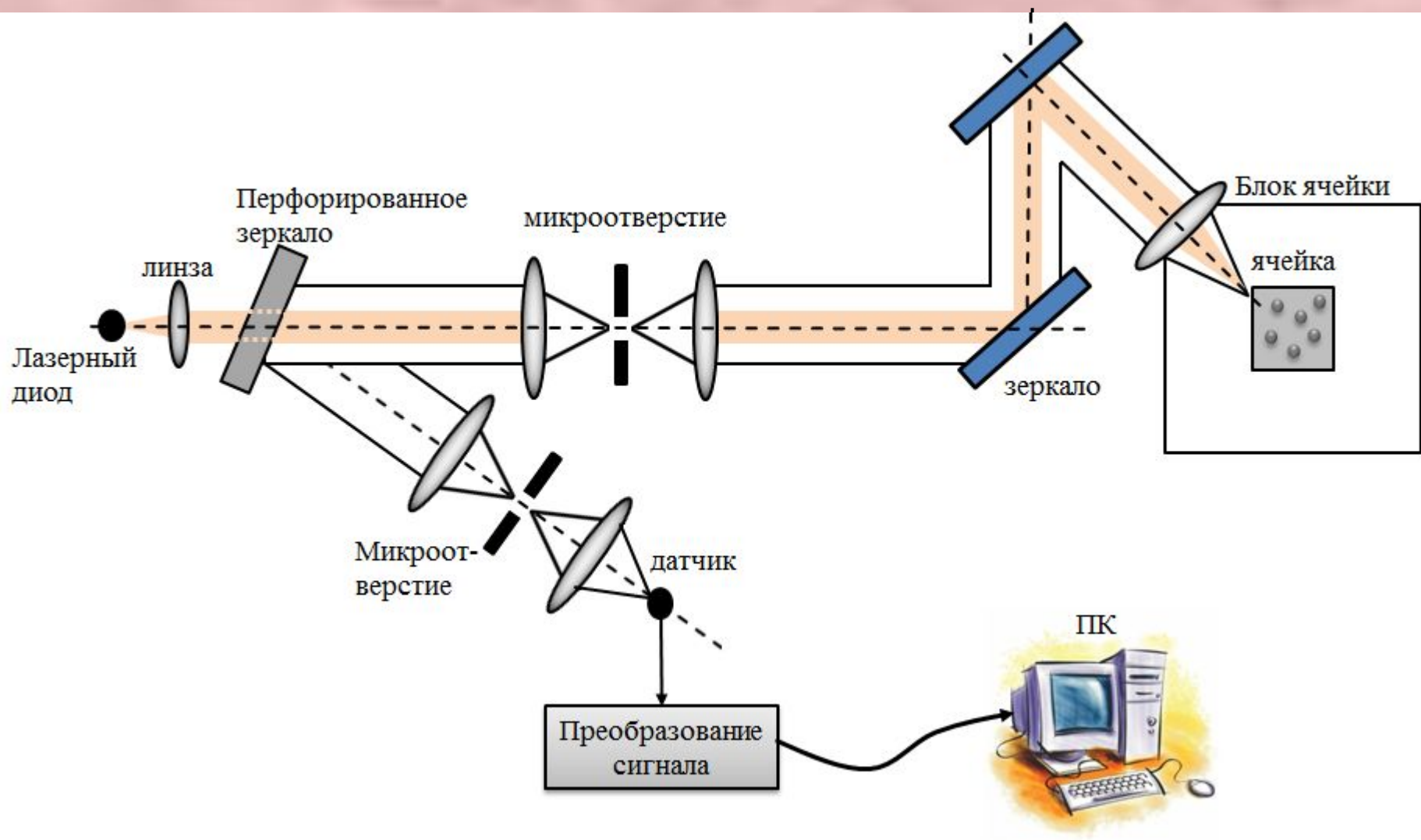
Цель работы

Отработка методики проведения исследования водных неорганических суспензий наночастиц при использовании анализатора размера частиц Horiba LB - 550.

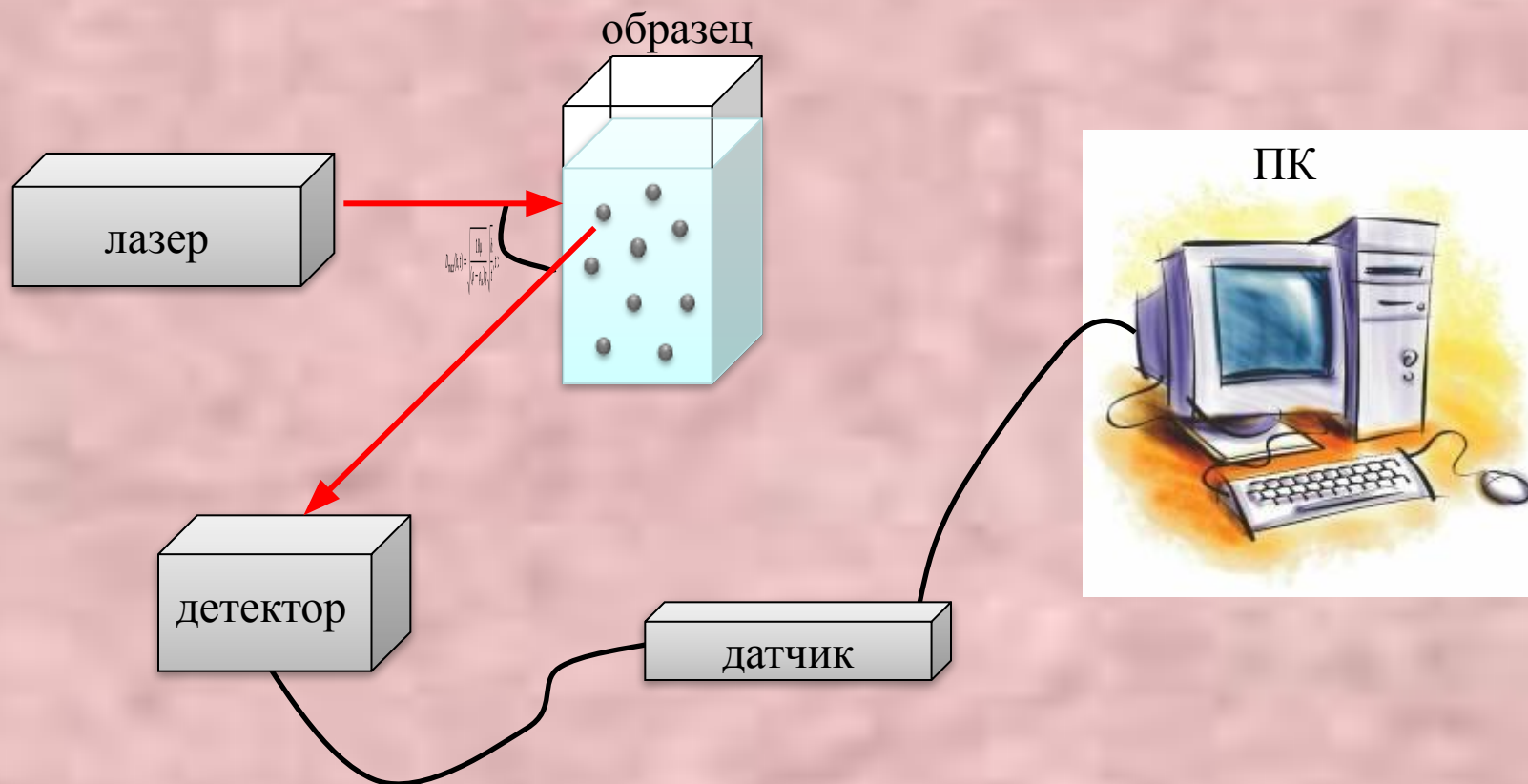
Оценка размеров частиц водных суспензий при использовании различных методов:

- Метод динамического рассеяния
- Процесс седиментации
- математическое моделирование
- электронная микроскопия

Конфигурация анализатора LV - 550



Принципиальная блок-схема анализатора размера частиц



Релеевское рассеяние

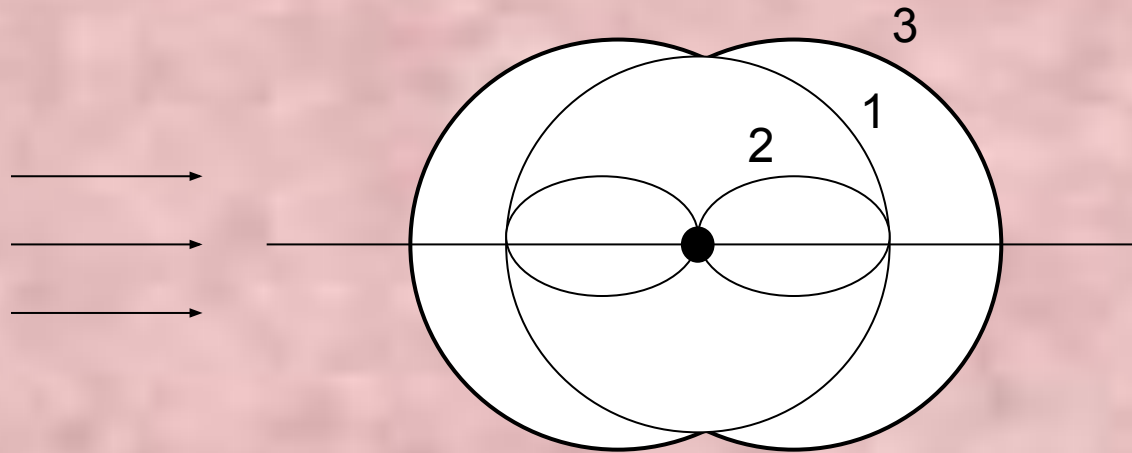


Диаграмма интенсивности рассеянного света:

1. $\vec{E} \perp$
2. $\vec{E} \parallel$
3. \vec{E} – случайная

Метод динамического рассеяния света

Путем анализа флуктуаций рассеянного света данный метод позволяет определить коэффициент диффузии и размер частиц.

Размер частиц определяется с помощью формулы Стокса-Эйнштейна, которая связывает размер частиц, коэффициентом диффузии и вязкость жидкости.

$$D = \frac{k_B T}{3 \pi \eta d}$$

D – диаметр частиц;

d - коэффициент диффузии частиц;

k_B - константа Больцмана;

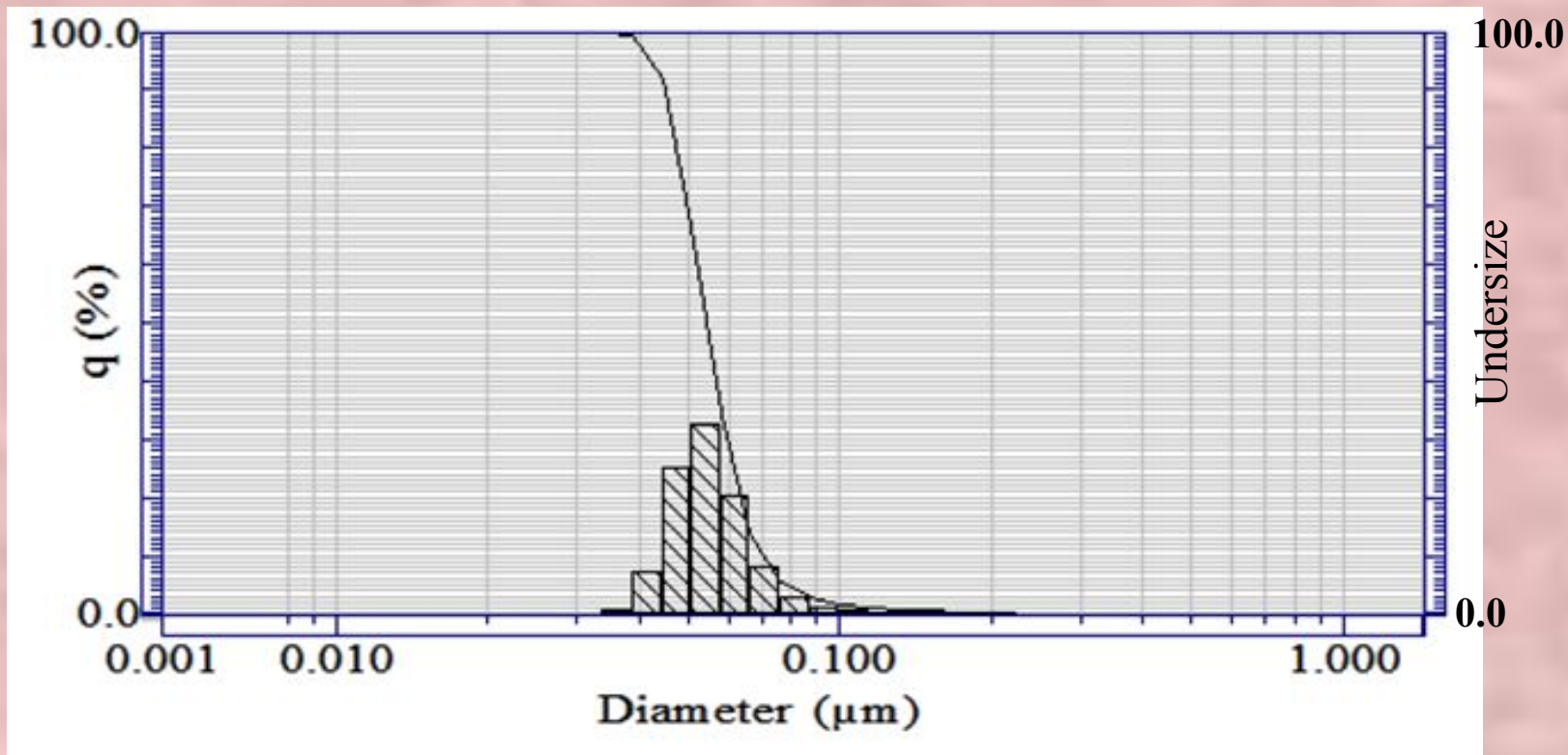
T - абсолютная температура;

η – сдвиговая вязкость среды, в которой взвешены частицы.

$$d = \frac{k_B T}{6 \pi \eta R}$$

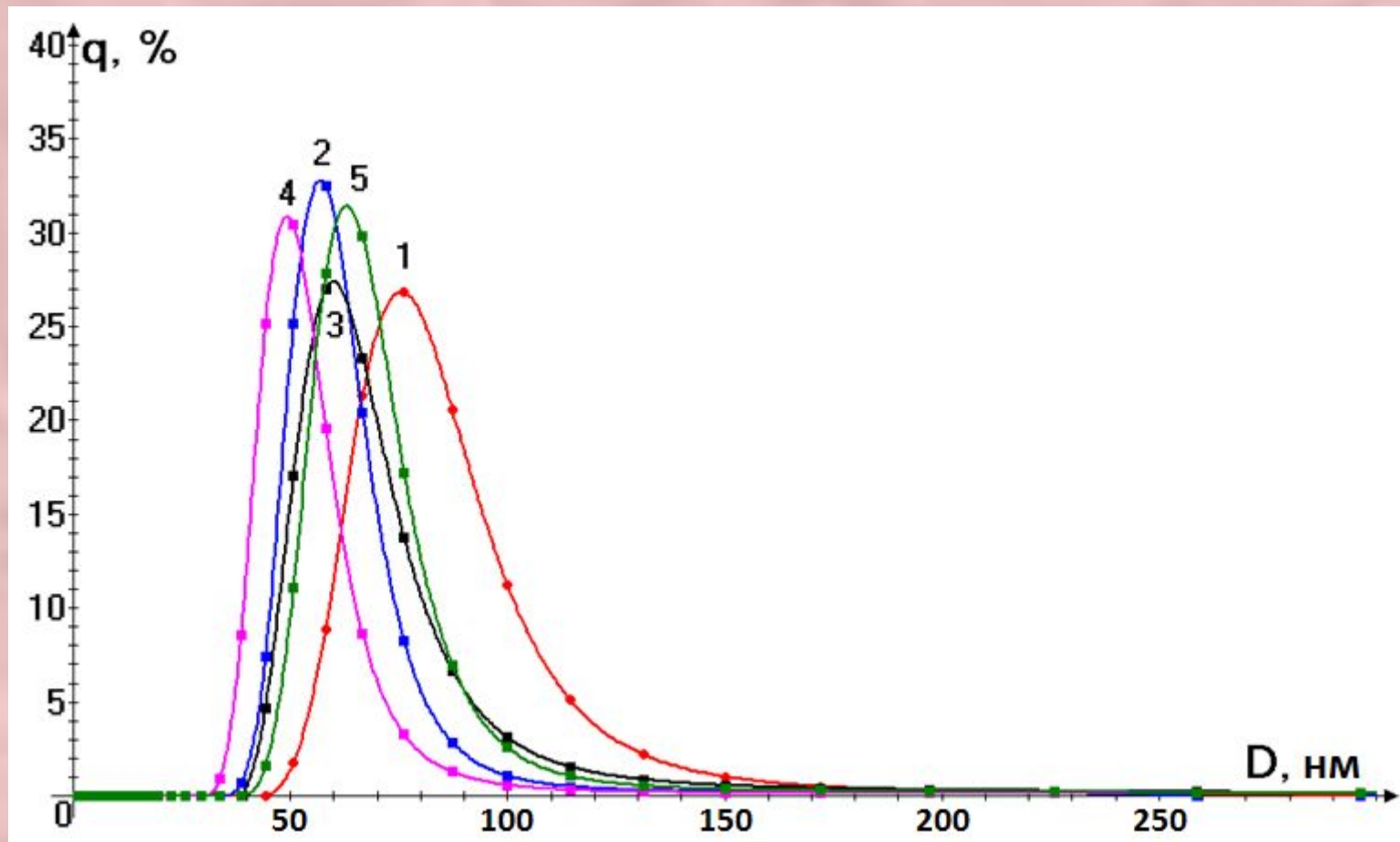
формула Стокса-Эйнштейна

Гистограмма на дисплее ПК



Распределение частиц по размерам в исследуемом образце, выводимое на экран компьютера: q - количество частиц данного диаметра по отношению к общему количеству частиц, D - диаметр наночастиц.

Обработка гистограмм



Распределение частиц по размерам в коллоидном растворе серебра - серия из пяти измерений.

Определение среднего размера частиц

$$D_{max}(h, t) = \sqrt{\frac{18\mu}{(\rho - \rho_{ж})g}} \sqrt{\frac{h}{t}}, t > 0$$

$$\bar{D} = \frac{\sum\{q(J) \times D(J)\}}{\sum\{q(J)\}},$$

Где J – номер диапазона размеров частиц в распределении;

q(J) – значение распределения по плотности (%);

D(J) – типовой размер (в мкм) в J-ом диапазоне размеров частиц.

$$\bar{D}_{\Sigma} = \frac{\sum_{i=1}^n \bar{D}_i}{n}$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_i - \bar{D})^2}{n - 1}}$$

Среднеквадратическое отклонение

Оценка погрешности при определении среднего размера частиц

$$D_{max}(h, t) = \sqrt{\frac{18\mu}{(\rho - \rho_{ж})g}} \sqrt{\frac{h}{t}}, t > 0$$

$$\Delta \bar{D}_{\Sigma} = \varepsilon \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \quad D_{max}(h, t) = \sqrt{\frac{18\mu}{(\rho - \rho_{ж})g}} \sqrt{\frac{h}{t}}, t > 0$$

•

ε	1	2	18μ
α	0.68	0.95	0.997

$$D_{max}(h, t) = \sqrt{\frac{18\mu}{(\rho - \rho_{ж})g}} \sqrt{\frac{h}{t}}, t > 0$$

Параметры распределения частиц по размерам, оцениваемые в лабораторной работе

(1)

Где I – номер диапазона размеров частиц в распределении;

$$\bar{D} = \frac{\sum\{q(J) \times D(J)\}}{\sum\{q(J)\}}, \text{ распределения по плотности (\%);}$$

$X(J)$ – типовой размер (в мкм) в J -ом диапазоне размеров частиц.

Среднеарифметическое значение характерного размера частиц в различных измерениях.

№ измерения	\bar{D} , мкм
1	0.082
2	0.061
3	0.068
4	0.054
5	0.069

$$\bar{D}_o = \frac{\sum_{i=1}^n \bar{D}}{n} \quad (2)$$

$$\bar{D}_o = 0.067$$

$$\Delta D_o = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(D_i - \bar{D})^2}{n - 1}} \quad (3)$$

$$\Delta D_o = 0.010$$

Таким образом, $\bar{D} = (\bar{D}_o \pm \Delta D_o)$ мкм = $(\bar{D}_o \pm \Delta D_o)$ нм

$$\bar{D} = (0.067 \pm 0.010) \text{ мкм} \approx (67 \pm 10) \text{ нм}$$