

**МЕТОДИКА ПОДГОТОВКИ РАСТВОРИТЕЛЯ
ДЛЯ ОЦЕНКИ НАНОДИСПЕРСНЫХ ОБЪЕКТОВ
МЕТОДОМ ДИНАМИЧЕСКОГО СВЕТОВОГО РАССЕЯНИЯ***

**METHOD OF SOLVENT PREPARATION
FOR EVALUATION OF NANO-DISPERSIVE OBJECTS
BY DYNAMIC LIGHT SCATTERING METHOD**

*С.А. КОКШАРОВ, Н.Л. КОРНИЛОВА, О.В. МЕТЕЛЕВА
S.A. KOKSHAROV, N.L. KORNILOVA, O.V. METELEVA*

(Институт химии растворов им. Г.А. Крестова Российской академии наук,
Ивановский государственный политехнический университет. Текстильный институт)
(G.A. Krestov Institute of Solution Chemistry of RAS,
Ivanovo State Polytechnic University. Textile Institute)
E-mail: ksa@isc-ras.ru

В статье приведены результаты экспериментального обоснования необходимости специальной подготовки воды при проведении оценки размеров наночастиц в гидрозольях методом динамического светового рассеяния.

The article presents results of experimental studies of water's special preparation necessity when assessing the size of nano-particles in hydrosols by dynamic light scattering.

Ключевые слова: наночастицы, измерение, метод динамического светового рассеяния, подготовка воды.

Keywords: nano-particles, assessing, Dynamic Light Scattering, water's preparation.

В современном швейном производстве неуклонно расширяется применение вспомогательных полимерных и полимерно-волоконистых композиционных материалов, в частности, для придания изделиям высокой формоустойчивости [1] или герметизации мест ниточных соединений [2]. Одним из направлений достижения повышенной устойчивости материалов к воздействию внешних нагрузок является структурная модификация их полимерной основы с использованием нанодисперсных присадок, характеризующихся высоким модулем упругости. При этом одной из важнейших и достаточно сложных задач является сохра-

нение высокоактивного нанодисперсного состояния модифицирующей добавки при введении в состав полимерной дисперсии.

Среди возможных интегральных методов оценки размеров частиц в золях широкое распространение в последнее время получил метод динамического светового рассеяния DLS (Dynamic Light Scattering) [3], физическая основа которого состоит в измерении флуктуаций интенсивности рассеянного света при прохождении лазерного луча через среду, в которой из-за броуновского движения дисперсных частиц или макромолекул имеют место флуктуации локальной концентрации ча-

* Статья подготовлена в рамках выполнения государственного контракта № 14.513.11.0067 в 2013 г. на поисковую научно-исследовательскую работу.

Авторы выражают благодарность проф. А.Я. Вулю и возглавляемой им группе сотрудников Физико-технического института им. А.Ф. Иоффе РАН за предоставленные образцы наноалмазов.

стиц. Результатом этого являются локальные неоднородности показателя преломления и соответственно флуктуации интенсивности рассеянного света.

Применение метода DLS в исследовании золь наноразмерных веществ связано с рядом методических трудностей и прежде всего с обеспечением необходимой степени чистоты изучаемых объектов. Для устранения методических ошибок измерения дозировку исследуемых объектов осуществляли одноразовыми медицинскими шприцами, а замеры на приборе

Zetasizer Nano S90 проводили в одноразовых кюветах Rotilabo-disposable cuvettes (фирма Carl Roth GmbH+Co.KG, Германия).

С учетом сведений о возможном экранировании мелких частиц более крупными [4] особое внимание следует уделять качеству воды, применяемой для приготовления объектов измерения, промывки посуды и измерительных кювет. В связи с этим проведена оценка наличия примесей в водном дистилляте и их влияния при изучении растворов нанодисперсных систем.

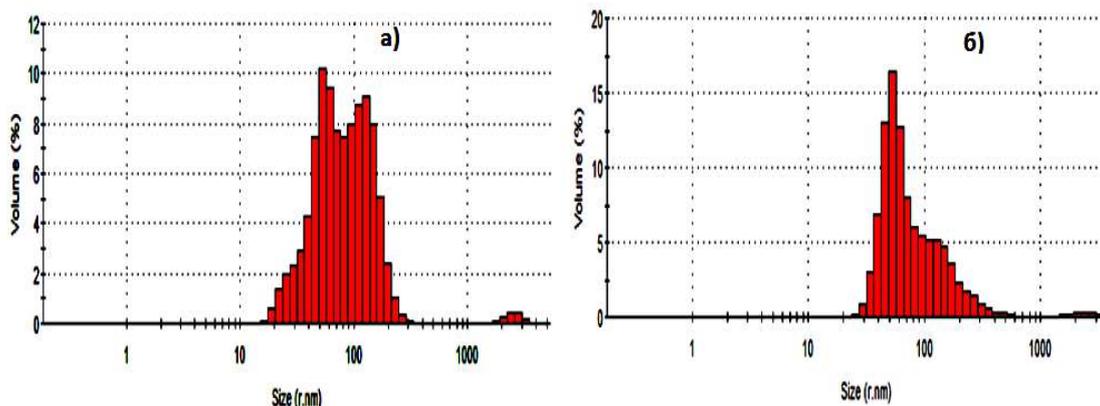


Рис. 1

На рис. 1 представлены кривые распределения по размеру относительного объема частиц примесей в дистиллированной воде (а) и бидистилляте (б), полученные в режиме измерений с одинаковым значением Refractive Index для дисперсной фазы и дисперсионной среды (для воды RI = 1,33 [5]). Из представленных данных следует, что после однократной дистилляции в растворе присутствует значительное количество микрометровой фракции примесей ($r_{\max} = 2,78$ мкм), а также нанодисперсные фракции с величиной среднего размера частиц 53 и 128 нм. Повторная дистилляция снижает общую интенсивность светового рассеяния в 1,5 раза, существенно сокращая содержание частиц с размером более 100 нм, но не устраняет наличие примесей.

Практически полная очистка воды от сопутствующих веществ достигнута методом последующей ионообменной хроматографии на колонках, заполненных смолой КУ-2.

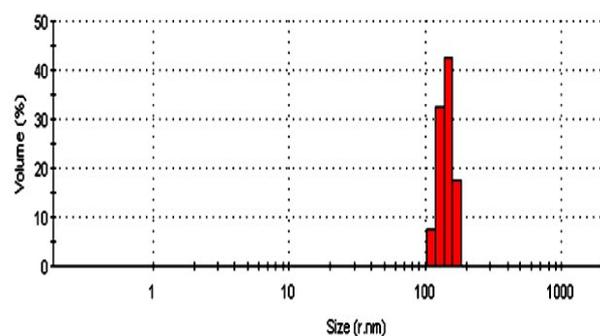


Рис. 2

На рис. 2 продемонстрировано распределение относительного объема наночастиц по размеру в бидистилляте, подвергнутом дополнительной деионизации. Как следует из полученных данных, после деионизации в растворителе остается лишь малая часть частиц с размером фракций 128...147 нм. Суммарная величина относительного объема данной фракции примесей в бидистилляте до операции хроматографической очистки (рис. 1-б) составляла около 10%.

Такая подготовка растворителя, используемого для приготовления растворов исследуемых нанообъектов, позволяет минимизировать фон дисперсионной среды и возможные искажения в детектировании размера частиц. Это наглядно демонстрируют представленные на рис. 3 зависимости распределения по размеру относительного объема частиц гидрозоля детонационных наноалмазов ДНА Z+ в 0,1%-ных растворах, приготовленных на бидистилляте, подвергнутом дополнительной деионизации (1) и без хроматографической очистки (2).

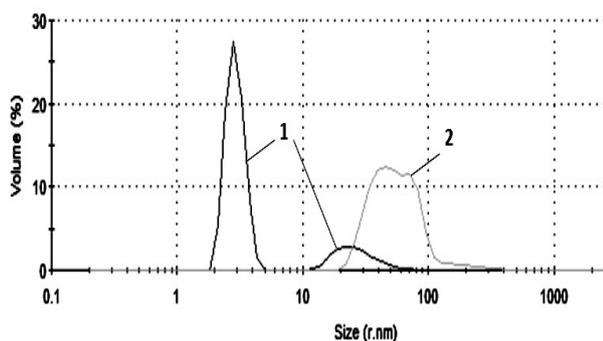


Рис. 3

По паспортным данным средний размер частиц ДНА Z+ составляет 4,5 нм. В первом случае получаем истинную картину фракционного распределения дисперсной фазы, согласно которому 82,2 % относительного объема приходится на частицы в размерном диапазоне 2...4,5 нм. Фракции агломератов распределены в интервале 14...60 нм. При этом объемная доля водных примесей с размерами более 100 нм настолько мала, что ни одна из фракций не превысила порог чувствительности прибора, составляющий 0,1 %.

Без проведения дополнительной очистки воды спектр существенно искажен присутствующими в бидистилляте примесными компонентами. Более крупные посторонние образования приносят основной вклад в рассеяние света и полностью маскируют дезагломерированные частицы ДНА Z+, нарушая корректность измерения.

ВЫВОДЫ

Получено экспериментальное обоснование необходимости специальной подготовки воды для проведения оценки размеров наночастиц в гидрозолях методом динамического светового рассеяния. Предложен метод, который включает дополнительную очистку бидистиллята с применением ионообменной хроматографии на колонках, заполненных смолой КУ-2.

ЛИТЕРАТУРА

1. Веселов В.В., Комарова А.А. Использование современных химических препаратов для формоустойчивой обработки швейных изделий // Изв. вузов. Технология текстильной промышленности. – 2009, №1. С.89...91.
2. Метелева О.В., Сурикова М.В., Бондаренко Л.И. Получение прочных клеевых соединений трудносклеиваемых материалов для швейных изделий // Изв. вузов. Технология текстильной промышленности. – 2010, № 1. С. 91...94.
3. Berne B.J., Pecora R. Dynamic Light Scattering. – Wiley, N.Y. – 1976.
4. Алексенский А.Е., Швидченко А.В., Эйдельман Е.Д. Применимость метода динамического светового рассеяния для определения размеров наночастиц в золях // Письма в ЖТФ. – 2012. Т. 38. В. 23.
5. www: refractiveindex.info.

Рекомендована кафедрой технологии швейных изделий. Поступила 30.09.13.