

*М. В. Паршикова, Д. И. Пучкова, Н. С. Потемкин, Т. В. Гурова**

ДИАГНОСТИКА ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА НАНОМАТЕРИАЛОВ

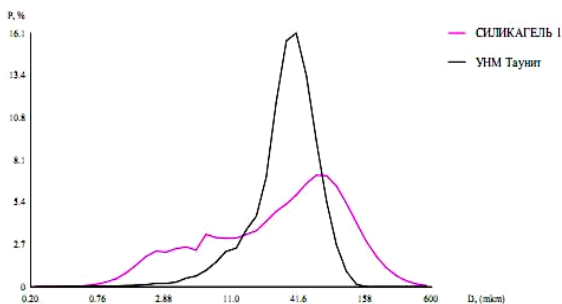
На современном этапе развития науки и промышленного производства все шире применяются материалы, размеры которых составляют от нескольких до десятков нанометров. Углеродные наноматериалы (УНМ) различной морфологии и структуры (к которым принято относить одно- и многослойные нанотрубки, фуллерены, графен) являются одними из наиболее исследуемых в настоящее время нанообъектов. Это объясняется прежде всего тем, что их физико-механические характеристики оказывают непосредственное влияние на конечный продукт. Поэтому гранулометрический анализ наряду с удельной поверхностью, формой частиц и рядом других параметров является важнейшей составляющей научных и промышленных разработок в области нанотехнологий.

На кафедре «Техника и технологии производства нанопродуктов» для измерения весового распределения наноструктур по размерам применяется лазерный анализатор частиц «Микросайзер 201» [1]. Принцип действия анализатора основан на фокусировке излучения лазера с помощью линзовой системы в плоскости детектора. Сходящийся пучок лучей пропускается через плоскопараллельную кювету с образцом (приготовленная суспензия), расположенную на некотором расстоянии от детектора. При наличии в кювете суспензии наблюдается рассеяние света. Индикатриса рассеяния (угловая зависимость интенсивности рассеянного излучения) определяется размером твердых частиц. Измерение угла рассеяния и последующее решение интегрального уравнения позволяет найти распределение по размерам частиц. Рассеянное излучение, полученное вследствие прохождения луча лазера через кювету с суспензией, регистрируется с помощью специальной фотодиодной матрицы (ФДМ), содержащей 74 сегмента. ФДМ обеспечивает одновременное измерение интенсивности рассеянного излучения при 38 значениях углов рассеяния, а также определение положения и интенсивности центрального (не рассеянного) луча. Определяемое в ходе эксперимента значение индикатрисы рассеяния получается в результате усреднения отсчетов, снимаемых каждые 40 мс за время

* Работа выполнена под руководством канд. техн. наук, доцента ФГБОУ ВПО «ТГТУ» И. Н. Шубина.

эксперимента (15...60 с). Все частицы исследуемой суспензии проходят через световой пучок несколько раз, благодаря чему полученные данные содержат достаточно полную информацию о распределении частиц по размерам [1]. Результаты анализа, представляющие собой зависимость массовой (весовой) доли частиц P_n от их диаметра D , выносятся в форме графика, таблиц или гистограммы (рис. 1).

Этот метод позволяет оценить размер отдельных частиц, который служит важнейшей характеристикой наноматериала. Но на практике мелкодисперсный материал, в силу своих свойств, часто встречается в виде агломератов, легко образующихся в процессе хранения. Также при разработке аппаратного оформления технологической линии по получению УНМ необходимо рассчитать оборудование для отделения частиц (в нано- и микрогабаритном диапазоне) получаемого УНМ от газового потока. Для решения этих технологических и научных задач необходимо оценить дисперсность мелкодисперсного материала.



The table of accordance between particle's sizes (D, mkm) and the fractions of the weight which are given

СИЛИКАГЕЛЬ 1	3.42	7.26	13.9	23.9	35.7	49.9	66.4	88.7	128	600
УНМ Таунит	13.7	21.6	27.0	31.3	35.5	40.1	45.6	52.9	65.0	600
P, %	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100

The table of accordance between fractions of the weight (P, %) and the particle's sizes which are given

СИЛИКАГЕЛЬ 1	14.7	25	36.4	45.4	68.1	72.4	83.7	96.7	99.1	100
УНМ Таунит	1.7	6.1	17.8	36.8	88.8	93	99	100	100	100
D, (mkm)	5	10	20	30	63	71	100	200	300	500

In the tables the values of the weight's fractions are given if the intervals of sizes are less than a definite diameter

Рис. 1. Пример вывода результатов анализа образцов в виде графика и таблиц

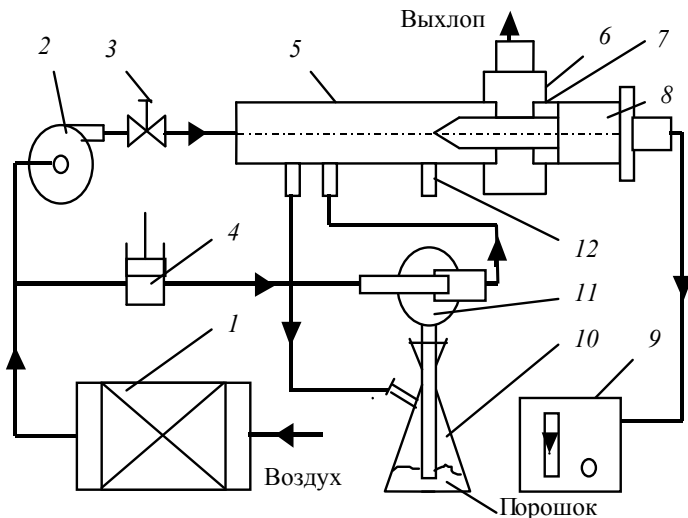


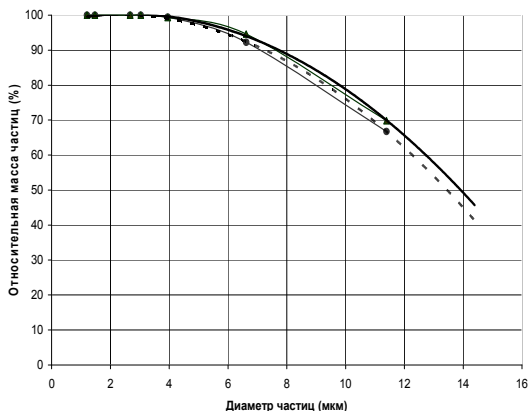
Рис. 2. Схема установки для определения дисперсного состава пыли:

- 1 – адсорбер; 2 – вентилятор; 3 – шибер; 4 – компрессор; 5 – газоход;
 6 – выхлопной кожух; 7 – штуцер для ввода измерительных устройств;
 8 – импактор; 9 – аспиратор; 10 – колба с исследуемым образцом;
 11 – эжектор; 12 – штуцер статического давления

Проведены исследования, направленные на оценку приемлемости определения дисперсного состава углеродных наноматериалов с помощью струйного сепаратора – импактора. Метод основан на инерционной сепарации частиц при обтекании потоком газа плоских поверхностей, установленных напротив сопел и последующем определении массы частиц, осевших на этих поверхностях [2].

Определение дисперсного состава порошка проводили на экспериментальной установке, схема которой представлена на рис. 2.

Эксперименты по определению дисперсного состава порошка углеродных наноматериалов проводили по специально разработанной для этой цели методике. Полученные экспериментальные данные для каждого из образцов были аппроксимированы. Квадратичная экстраполяция экспериментальных данных позволила определить медианные диаметры частиц для каждого из образцов, которые соответствуют точке пересечения интегральных кривых [2]. Интегральные кривые распределения массы частиц по размерам представлены на рис. 3.



Уравнение для полинома R3 (образец №1)

$$y = -0,395x^2 + 1,7114x + 98,439$$

$$R^2 = 0,9997$$

Уравнение для полинома R3 (образец №4)

$$y = -0,3931x^2 + 2,0418x + 97,723$$

$$R^2 = 0,9988$$



Рис. 3. Дисперсный состав углеродного наноматериала

На основании проведенных экспериментальных исследований и расчетов показаны возможности по определению дисперсного состава УНМ различными методами. Из полученных данных можно сделать вывод, что исследованные УНМ представляют собой сложные агломераты, состоящие из отдельных углеродных нановолокон, образованных, скорее всего, за счет электростатического взаимодействия отдельных частиц, что типично для всех мелкодисперсных пылеподобных материалов.

Список литературы

1. *Лазерные анализаторы частиц «Микросайзер» модели 201А и 201С. Руководство по эксплуатации С 201.001.РЭ.* – Санкт-Петербург, 2008. – 27 с.
2. *Определение размера частиц углеродных наноструктурированных материалов, полученных пиролизом пропан-бутановой смеси на металлическом катализаторе / А. Г. Ткачев, М. А. Ульянова, И. Н. Шубин и др. // Вестник Тамбовского государственного технического университета.* – 2007. – Т. 13. – № 1А. – С. 94 – 100.

*Кафедра «Техника и технологии производства нанопродуктов»
ФГБОУ ВПО «ТГТУ»*