

П. В. Гришин, Н. М. Закиров, М. В. Баранский,  
И. И. Латфуллин, В. Е. Катнов

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНЫХ ПАРАМЕТРОВ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ВОДНЫХ НАНОСУСПЕНЗИЙ МЕТОДОМ ВАКУУМНОГО ВЫПАРИВАНИЯ

*Ключевые слова:* наносuspension, диоксид кремния, вакуумное концентрирование, агрегация.

*Исследован процесс концентрирования наносuspension диоксида кремния, полученного плазменным методом. Определены оптимальные параметры, при которых достигается максимальная скорость выпаривания при минимальной агрегации наночастиц.*

*Keywords:* nanosuspension, silica, vacuum concentration, aggregation.

*Process of concentration of nanosuspension of silica oxide which obtained by plasma method has been investigated. The optimal parameters, at which the maximum pace of evaporation matching the lowest aggregation of nanoparticles achieves, were determined.*

### Введение

Основным свойством инертных наноразмерных наполнителей является наличие высоких значений удельной площади поверхности, реализация которой в составе композиционных материалов способствует повышению эксплуатационных характеристик изделий. В случае полимерных композиционных материалов наблюдается значительное увеличение доли полимерной матрицы, свойства которой изменяются под воздействием поверхности нанодисперсной фазы. Введение наночастиц в состав полимерной матрицы способствует улучшению характеристик материала без ухудшения других показателей, например, включение наноразмерных объектов в состав лаковых покрытий позволяет увеличить их износоустойчивость, не изменяя прозрачность и блеск [1-3].

При этом следует отметить, что одним из препятствий на пути создания нанокomпозиционных материалов является повышенная склонность наночастиц к агрегации. Поэтому при синтезе наноразмерных объектов особое внимание следует уделять вопросам их стабилизации, то есть защите от объединения в агрегаты. Известно, что поверхностная модификация, которую традиционно осуществляют путем физической адсорбции или химической обработки, позволяют обеспечить приемлемый уровень стабильности подобных систем [4].

Не маловажным является вопрос компактирования и упаковки наночастиц. В случае введения наноразмерного наполнителя в состав водных полимерных дисперсий наиболее целесообразным для этого представляется использование водного золя наполнителя, однако часто продуктами синтеза наночастиц, в частности плазменного [5], являются наносuspension с низким содержанием основного вещества. Очевидно, что содержание дисперсной фазы во многом определяет возможность, области использования и потребительскую стоимость наносuspension. В связи с этим возникает необходимость проведения процесса концентрирования для получения

наносuspension с более высоким содержанием дисперсной фазы.

### Экспериментальная часть

В данной работе исследован и оптимизирован процесс вакуумного выпаривания водных наносuspension диоксида кремния с целью повышения доли основного вещества. Предварительные исследования показали, что при выпаривании наносuspension наблюдается рост размеров частиц за счет их агрегации, при этом существуют области оптимальных параметров процесса, позволяющих обеспечить высокую скорость удаления воды при неизменности дисперсного состава.

Низкоконтентированные наносuspension диоксида кремния ( $C_{SiO_2}=0,2$  % масс.) получали в установке высокочастотной индукционной плазмы при атмосферном давлении, в схеме которой имеется барботер, где происходило улавливание наночастиц путем смачивания их поверхности водным раствором стабилизирующей добавки. Концентрирование проводили в ротационном вакуумном испарителе IKA RV 10 basic, задавая скорость вращения колбы  $v$  и температуру  $T$ , вакуум поддерживался постоянным для всех режимов (5 мм рт.ст.). Планирование эксперимента и статистическую обработку данных осуществляли при помощи программного пакета Statistica.

Режимы выпаривания наносuspension, определенные при планировании эксперимента, представлены в таблице 1.

**Таблица 1 – Режимы выпаривания**

№ п/п	$v$ , об/мин	$T$ , °C
1	20	40
2	20	80
3	60	50
4	150	60
5	220	70
6	280	40
7	280	80

## Результаты и их обсуждение

В ходе выпаривания, каждые 10 минут определялось количество оставшейся суспензии, измерялась её оптическая плотность, а также текущее содержание дисперсной фазы.

На рисунке 1 представлена зависимость изменения объема исходной наносуспензии от длительности процесса выпаривания для каждого из режимов.

По тангенсу угла наклона полученных кривых найдены значения скорости выпаривания для каждого испытания (табл.2).

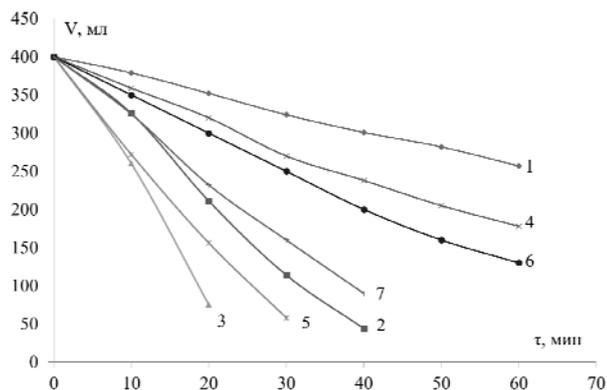


Рис. 1 – Изменение объема исследуемых наносуспензий в зависимости от режима выпаривания

На рисунке 2 показано изменение содержания дисперсной фазы в зависимости от выбранного режима.

Процесс выпаривания осуществляли в течение одного часа или до момента, при котором дальнейшее концентрирование могло привести к полному удалению дисперсионной среды. Для оценки скорости выпаривания приведены данные оптической плотности и концентрации золя после 20 минут.

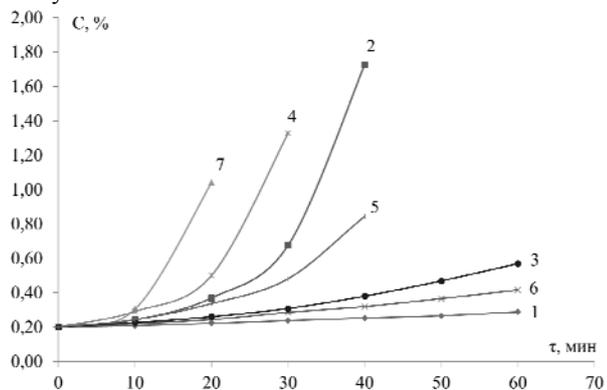


Рис. 2 - Изменение концентрации исследуемых суспензий в зависимости от режима выпаривания

По тангенсу угла наклона кривой, описывающей градиент оптической плотности, был определен средний размер частиц дисперсной фазы

в исследуемой суспензии и его изменение в процессе выпаривания (табл.2) [6].

Таблица 2 – Результаты эксперимента

№ п/п	$v$ , мл/мин	$D(20)$	$tg D$	$d$ , нм	$C(20)$ , %
1	2,41	0,07	3,03	116	0,22
2	9,24	0,11	3,15	107	0,37
3	4,6	0,07	3,39	92	0,26
4	11,42	0,14	3,15	107	0,5
5	7,85	0,12	2,63	144	0,34
6	3,77	0,08	3,02	116	0,24
7	16,25	0,33	2,95	122	1,04

По значениям из таблицы исходных данных (табл.1) и таблицы результатов (табл.2), с использованием программного пакета Statistica, были построены контурные диаграммы (рис.3 и 4), позволяющие определить оптимальные параметры выпаривания.

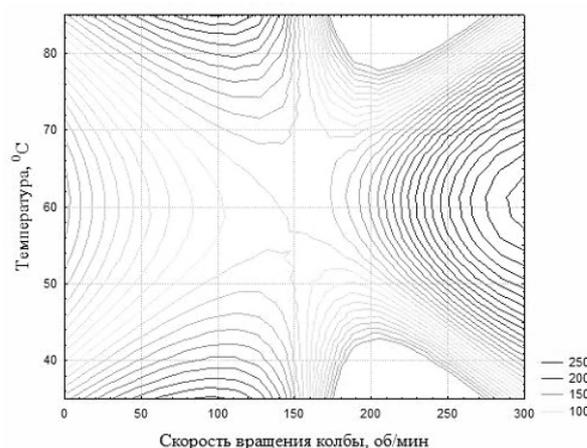


Рис. 3 – Контурная диаграмма размера частиц (нм) от параметров выпаривания

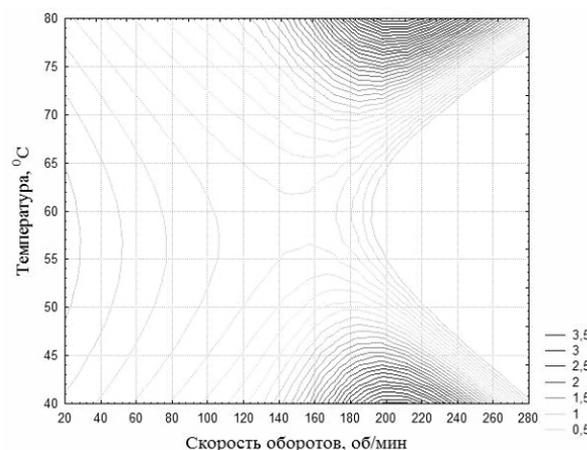


Рис. 4 – Контурная диаграмма содержания дисперсной фазы (%) от параметров выпаривания

Из полученных данных следует, что концентрирование золя диоксида кремния, при котором достигается максимальная скорость выпаривания и сохраняется высокая агрегативная

устойчивость золя, следует проводить в интервале температур 55-65 °С и скоростей вращения колбы 140-180 об/мин.

### Литература

1. В.Е. Катнов, С.Н. Степин, Р.Р. Катнова, Р.Р. Мингалиева, П.В. Гришин, Казань: Вестник Казанского технологического университета, **7**, 95-96 (2012).
2. В.Е. Катнов, П.В. Гришин, В.С. Чапчина, Научная школа «Технические решения и инновации в технологиях переработки полимеров и композиционных материалов» (Казань, Россия, Ноябрь 26-30, 2012). Материалы. Казань, 2012. С. 167-168.
3. В.Е. Катнов, П.В. Гришин, С.Н. Степин, Р.Р. Катнова, Казань: Вестник Казанского технологического университета, **16**, 5, 69-71 (2013).
4. С.С. Воюцкий, Курс коллоидной химии. Химия, Москва, 1976, С. 410-412.
5. П.В. Гришин, В.Е. Катнов, Р.Р. Катнова, 3-ая Международная научно-практическая конференция «Перспективное развитие науки, техники и технологий» (Курск, Россия, Декабрь, 27, 2013). Сборник трудов. Курск, 2013, Том 1, С. 342-346.
6. В.Е. Катнов, С.Н. Степин, Казань: Вестник Казанского технологического университета, **6**, 275 – 279 (2010)

---

© **П. В. Гришин** - магистрант каф. химической технологии лаков, красок и лакокрасочных покрытий КНИТУ, pvrgrishin@live.ru; **Н. М. Закиров** – бакалавр той же кафедры, nurislam3@mail.ru; **М. В. Баранский** – бакалавр той же кафедры, misha270193@mail.ru; **И. И. Латфуллин** асп. каф. плазмохимических и нанотехнологий высокомолекулярных материалов КНИТУ, iiii26589@rambler.ru; **В. Е. Катнов** - к.х.н., докторант каф. химической технологии лаков, красок и лакокрасочных покрытий КНИТУ, vkatnov@yandex.ru.