

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н.Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Кафедра материаловедения, технологии
и управления качеством

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ КОЛИЧЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-
АКТИВНОГО ВЕЩЕСТВА НА РАЗМЕР И СТАБИЛЬНОСТЬ
НАНОЧАСТИЦ КРЕМНИЯ**
АВТОРЕФЕРАТ БАКАЛАВРСКОЙ РАБОТЫ

студента 4 курса 421 группы
направления 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов»
факультета нано- и биомедицинских технологий

Антонова Евгения Вадимовича

Научный руководитель
доцент, к.ф.-м.н., доцент

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

Е.Г. Глуховской

инициалы, фамилия

Зав. кафедрой
профессор, д.ф.-м.н.

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

С.Б. Вениг

инициалы, фамилия

Саратов 2019

Введение. На данный момент при синтезе требуются определенные условия. В частности, при синтезе преследуется цель получить порошок с частицами в узком гранулометрическом распределении (распределение по размеру). Среди методов наиболее широко применяются нисходящие (сверху вниз), в основе которых лежит уменьшение размеров исходных веществ до нано- и микро- уровней. Среди таких методов широкое распространение имеет ультразвуковая обработка веществ. Изучение способов контроля процесса синтеза частиц имеет огромное влияние на данный момент.

Актуальность данной работы связана с развитием технологий в использовании наночастиц и наноструктур. Возможность получать наночастицы малого размера, и контролируемого размера имеет большие перспективы [1].

Целью работы является исследование зависимости таких факторов как время обработки ультразвуком и концентрация поверхностно-активного вещества в растворе на размер получаемых наночастиц, их распределение, а также на их дальнейшую устойчивость к коагуляции.

На основе поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

- поиск и анализ литературных источников по данной теме;
- моделирование и дальнейшее создание вспомогательной удерживающей установки с целью повышения воспроизводимости и стабильности эксперимента;
- исследование влияния ультразвуковой обработки на размер частиц методом динамического рассеяния света;
- синтез наночастиц кремния в растворе хлороформа с использованием поверхностно-активного вещества;
- освоение метода формирования ленгмюровских монослоев кремния на водной субфазе и построения изотерм сжатия.

Дипломная работа занимает 56 страниц, имеет 34 рисунка и 3 таблицы.

Обзор составлен по 23 информационным источникам.

Во введение рассматривается актуальность работы, устанавливается цель и выдвигаются задачи для достижения поставленной цели.

Первый раздел представляет собой изучение литературных данных по данному вопросу, в частности, необходимость наночастиц, обусловленная их широким применением, основные методы их получения и их описание, основы нанесения монослоев. Раздел состоит из следующих подразделов: применение наночастиц, получение наночастиц, контроль размера наночастиц, синтез наночастиц ультразвуковым методом, нанесения монослоя, схема нанесения монослоев.

Во втором разделе работы представлены использованные реагенты и лабораторное оборудование, с их подробным описанием, а также теоретический расчет навески поверхностно-активного вещества для получения необходимой концентрации в растворе с кремнием для предотвращения агрегации последнего, схемы необходимой для выполнения работы конструкции. Помимо этого, приведены результаты эксперимента, его ход и анализ. В разделе существуют следующие подразделы: реагенты, среди которых кремний, хлороформ и олеиновая кислота; оборудование, которое включает в себя ультразвуковую установку ИЛ100-6/1-0,1, ультразвуковую ванну UD100SH-4,5L, анализатор размеров частиц Zetasizer Nano ZS, Ванну Ленгмюра-Блоджетт KSV NIMA 2000; теоретический расчёт, установка для дробления, дробление кремния ультразвуковой установкой и получение изотерм сжатия.

Основное содержание работы. В работе исследовался кремний и олеиновая кислота (ОА) чистоты 99% приобретена у Meligen corp., RF. Олеиновая кислота использовалась в немодифицированном виде, кремний был измельчен из кремниевой химически чистой пластинки механическим способом, с помощью ступки и пестика. В качестве растворителя использовался спектроскопический хлороформ компании Sigma-Aldrich [2].

Изотермы сжатия монослоёв записывались на установке KSV2002 (KSV Instruments Ltd., Финляндия), оснащённым платиновой пластиной Pt Wilhelmy с

симметричным сжатием монослоя. Измерения проводятся при температуре 25°C при постоянной скорости движения барьеров. Расширенный слой липидов формируют на субфазе, содержащей озон под действием Поверхностное давление измеряется в течение первых 5 минут на неподвижных барьерах. Затем включается движение барьеров для обнаружения изотерм поверхностного давления, т.е. зависимости $\pi = f(A)$, где π представляет собой поверхностное давление, а A - площадь на молекулу, соответствующую плотности двумерного слоя.

Измерение размеров наночастиц проводилось на анализаторе размеров частиц Zetasizer Nano ZS. Первоначальный раствор разбавлялся в 10 раз и затем подвергался анализу размеров. В данном устройстве фиксированная температура – 25 °С. Для гранулометрического анализа использовался метод ДРС.

Для достижения стабильности и воспроизводимости была сконструирована установка-держатель для 5 флаконов с раствором. Моделирование конструкции проводилось в программе КОМПАС-3D. Была выведена формула расчёта необходимой навески для частиц определенного размера. Также был произведен теоретический ожидаемый расчёт количества поверхностно-активного вещества для необходимого размера частиц [3].

Описание условий формирования монослоёв Si и Oleic acid. Изотермы площади поверхности монослоя кремния были зарегистрированы прибором для осаждения плёнки Ленгмюра-Блоджетт KSV2002 (KSV Instruments Ltd., Финляндия). Для экспериментов кремний был растворён в хлороформе в концентрации 10^{-3} М Si. Распылялся на ванну Ленгмюра-Блоджетт на поверхность субфазы (очищенная вода) с помощью оборудованной для этого пипетки. До начала эксперимента отводится время для испарения растворителя (хлороформа) и выравнивания монослоя. После испарения растворителя монослой на границе воздух / вода непрерывно сжимался со скоростью 15 мм/мин для получения (π -A) изотерм.

Описание условий синтеза наночастиц кремния. Ультразвуковая обработка веществ проводилась при комнатной температуре. Одновременно подвергались обработке до 5 растворов, изолированных друг от друга. Обработка проводилась в водной среде, в которые и были помещены виалы с растворами. Во избежание перераспределения получаемой ультразвуковой мощности освобождаемые от раствором ячейки заполнялись виалами с водой.

Описание условий формирования монослоёв DPPC и Oleic acid. Также был получен график зависимости взвешенного среднего значения размера в зависимости от времени обработки, что показано на рисунке 1:

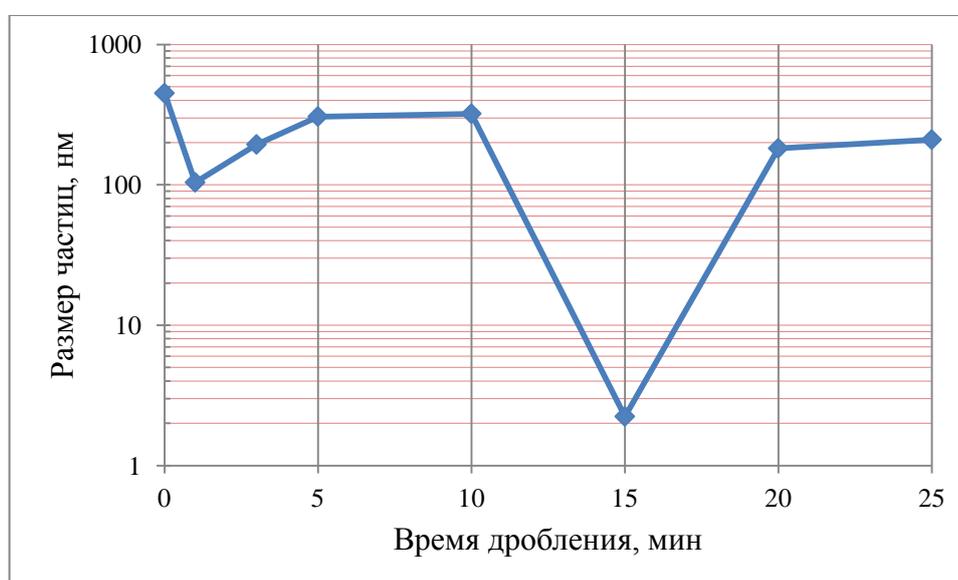


Рисунок 1 – График зависимости размера частиц от времени дробления

По рисунку видно, что наиболее маленькие размеры имеют частицы, подверженные дроблению в течение 1 и 15 минут. Также надо отметить тот факт, что в процессе обработки температура среды (воды) повышалась, что также могло отразиться на результатах эксперимента [4]. Более полно результаты эксперимента представлены на рисунках 2-3:

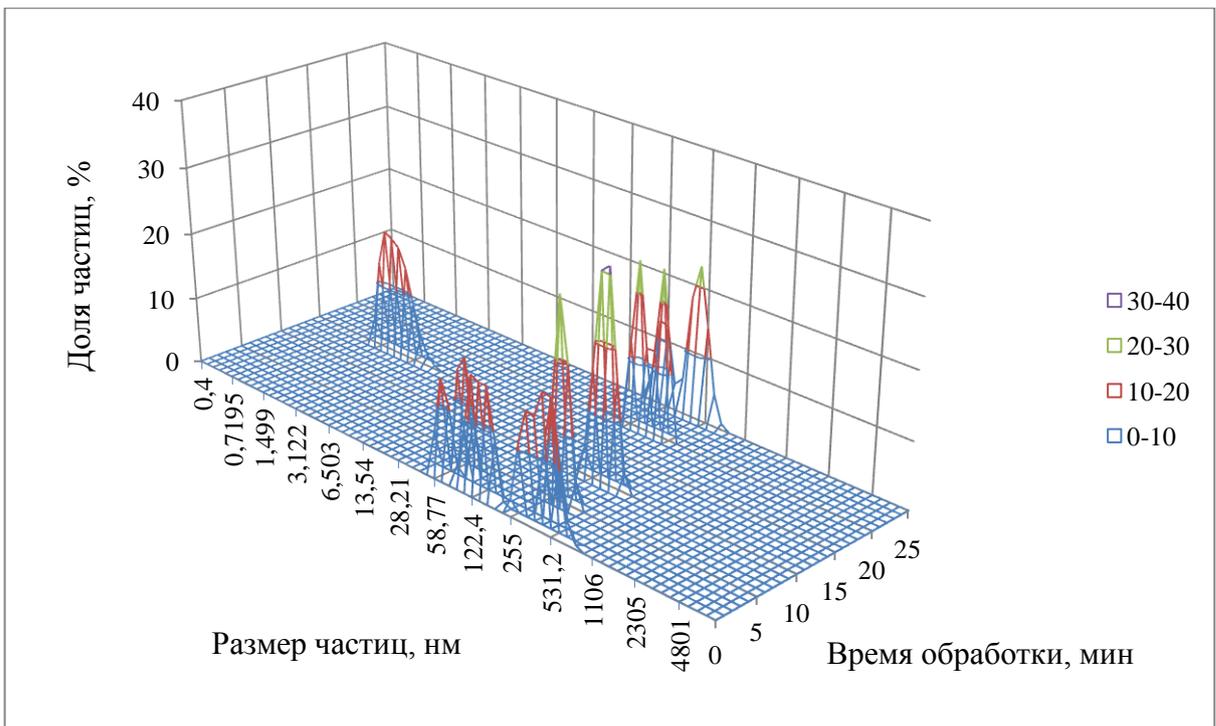


Рисунок 2 – Зависимость распределения частиц по размеру от времени обработки ультразвуком

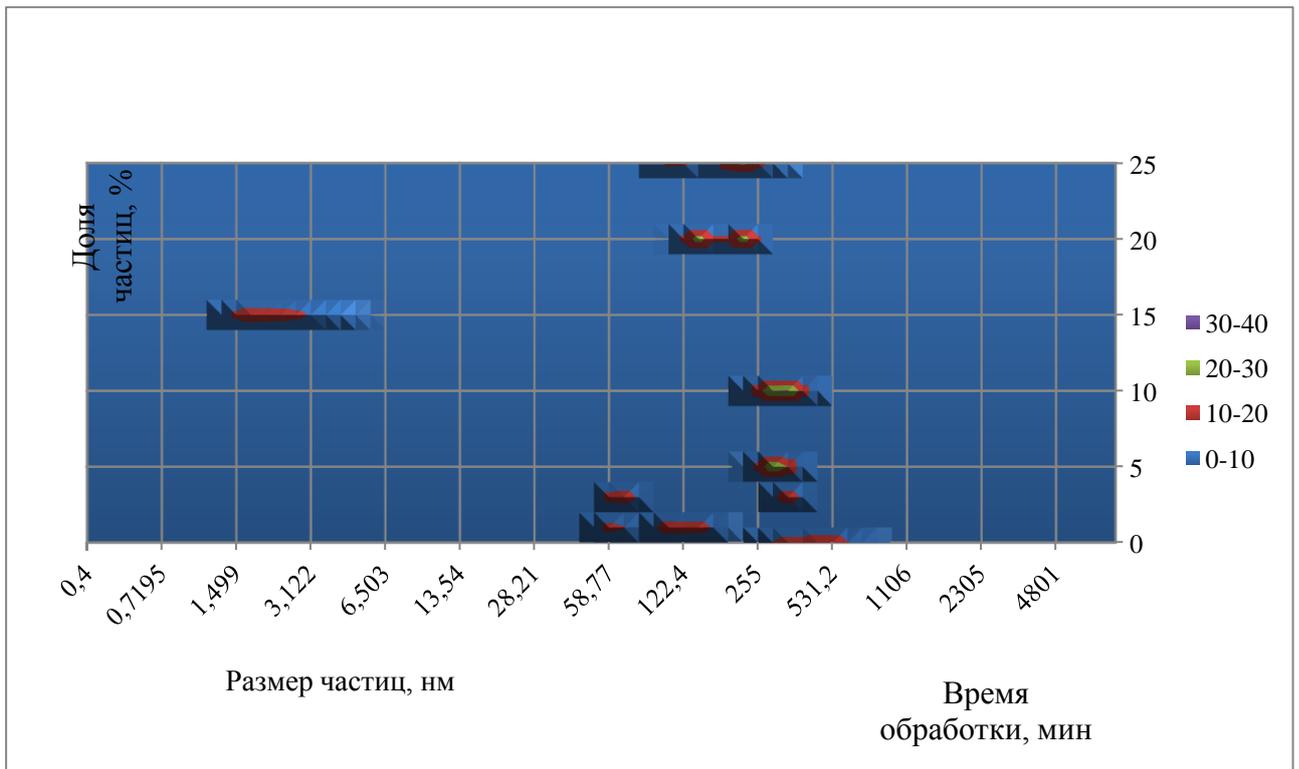


Рисунок 3 – Объемный вид сверху зависимости распределения частиц по размеру от времени обработки ультразвуком

Имелись два раствора измельченного в хлороформе кремния по 0,05л объемом каждый - раствор №1, который подвергался УЗ-измельчению 3

минуты и раствор №2, который подвергался измельчению 25 минут. Таким образом, разница в продолжительности УЗ-обработки составляет практически порядок. Планировалось добавить в образцы раствор олеиновой кислоты. Конечной концентрацией олеиновой кислоты в образцах должна была быть 10^{-3} Моль/л. Было рассчитано, что для этого потребуется 250 мкл олеиновой кислоты концентрации 10^{-1} моль/л для каждого образца [5]. Была рассчитана необходимая навеска для данного объема - 0,12049 грамма. Процесс добавления олеиновой кислоты разбивался на 6 этапов, по 30 мкл.

После каждого этапа проводился гранулометрический анализ текущего раствора (рисунок 4).

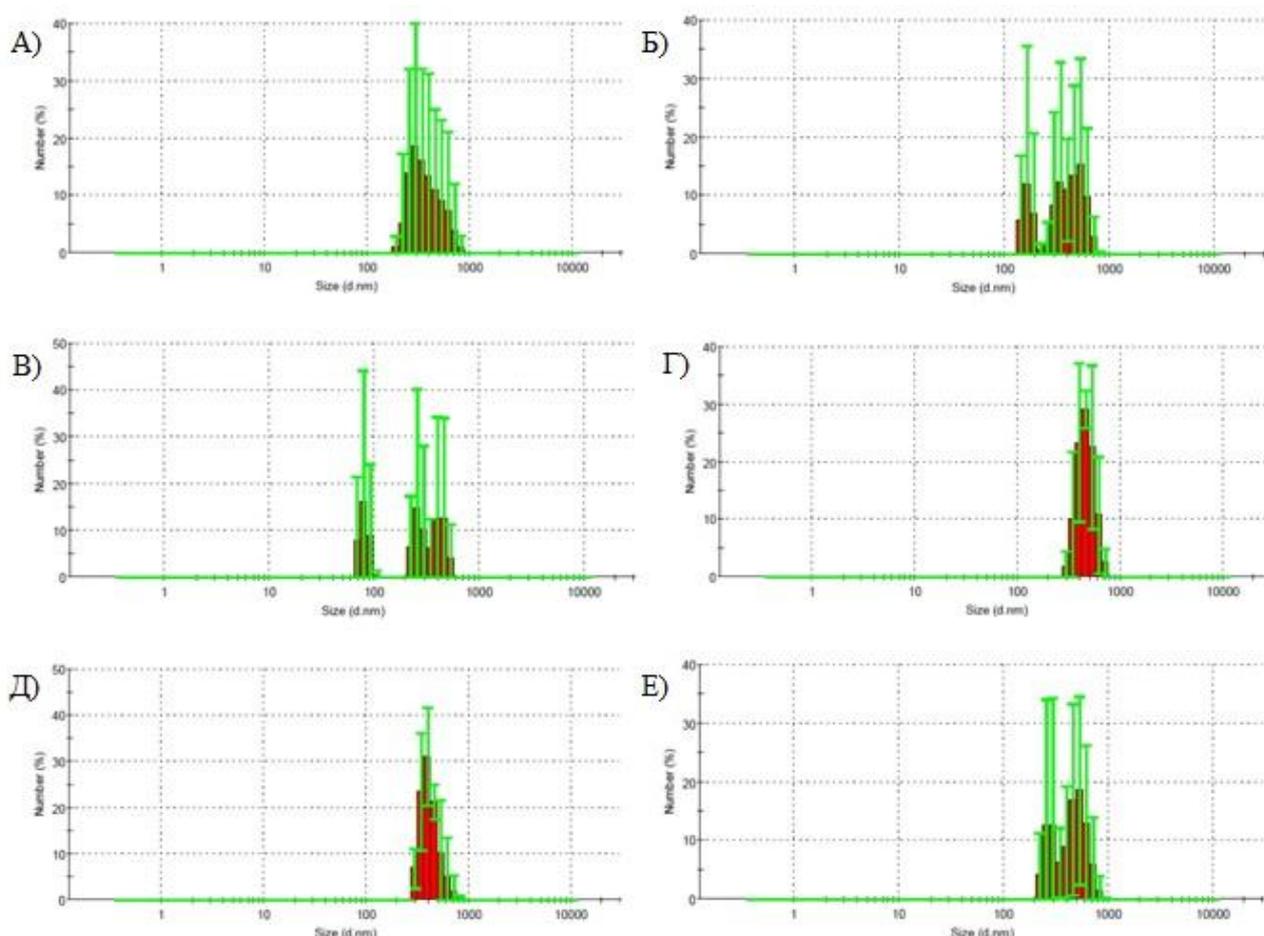


Рисунок 4 – График распределения частиц в образцах, обработанных в ультразвуке 3 минуты (слева) и 25 минут (справа)

По графикам видно, что размер частиц кремния не зависит от количества добавляемого ПАВ однозначно. Но следует отметить, что диапазон возможных

размеров с увеличением концентрации ПАВ уменьшается, становится более определенным (рисунок 5).

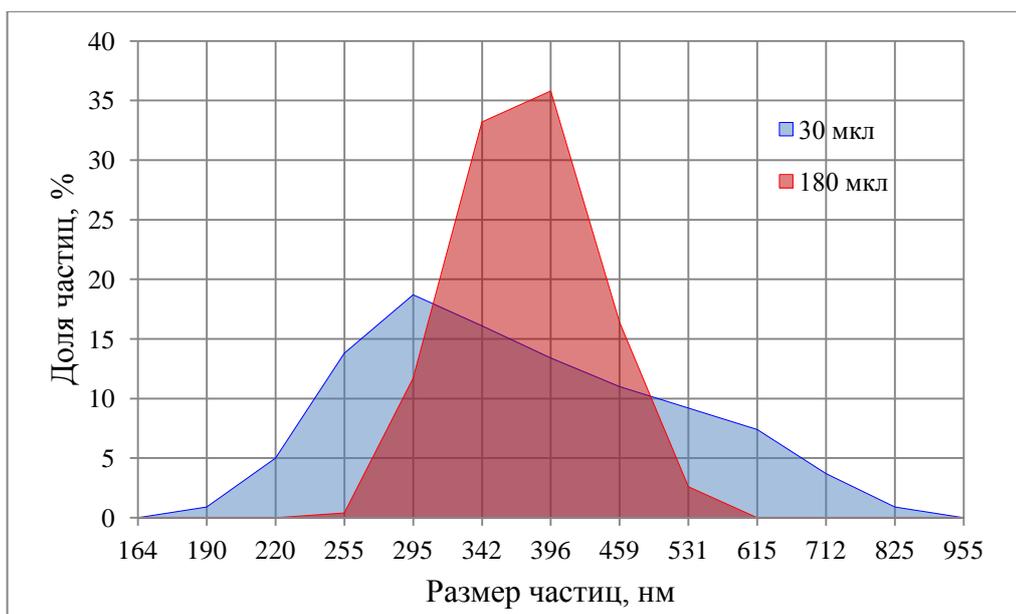


Рисунок 5 – Графики распределения раствора, обработанного в ультразвуке 3 минуты, с содержанием хлороформа 30 мкл и 180 мкл

Достигался раствор 10^{-1} моль олеиновой кислоты в хлороформе. При построении изотермы сжатия по графикам на рисунке 6 можно наблюдать, как с увеличением концентрации олеиновой кислоты график принимает все более правильный для данной изотермы вид. Таким образом, можно сделать вывод, что 240 мкл ПАВ в 0,05 мл раствора недостаточно для нанесения монослоя.

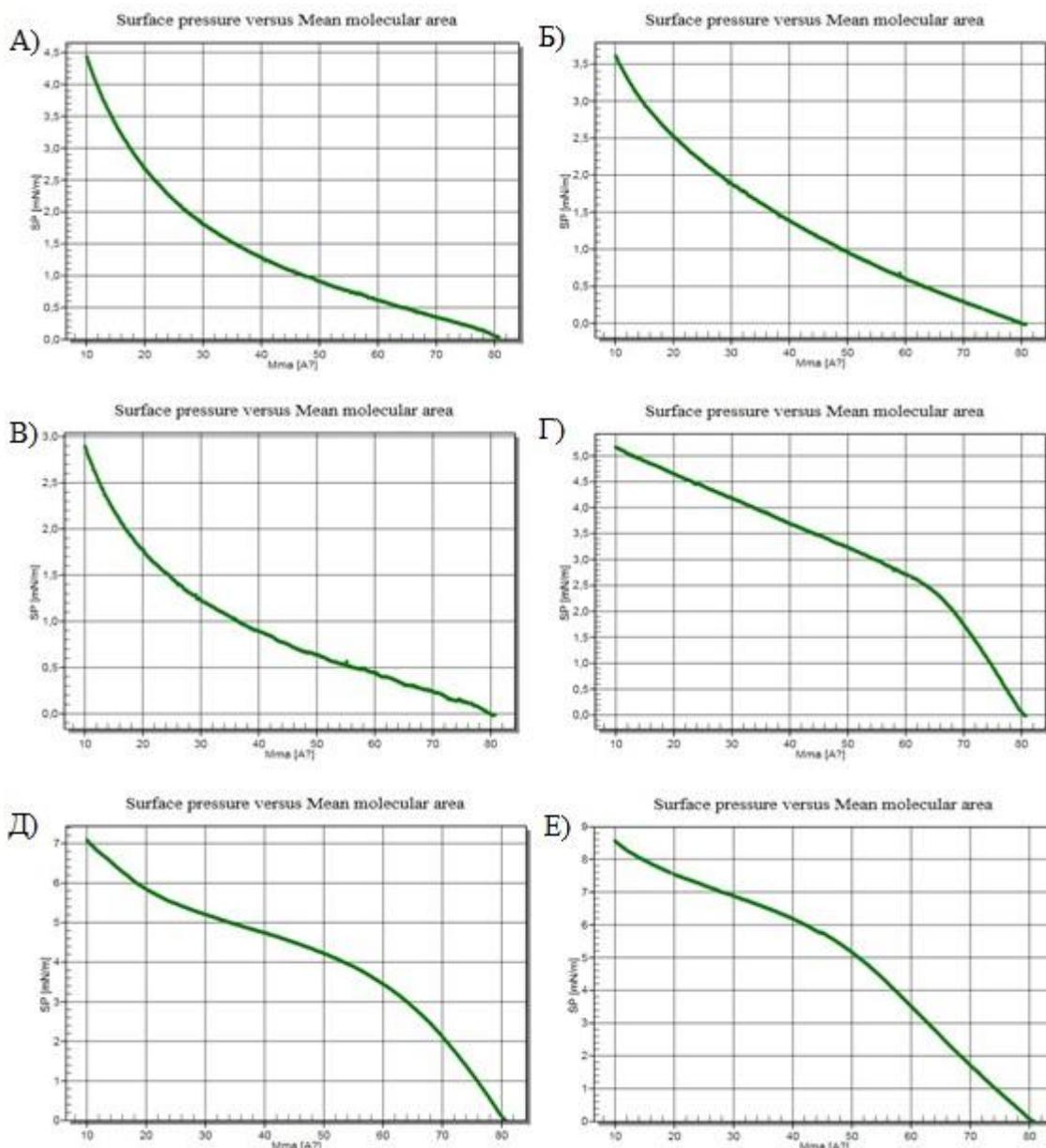


Рисунок 6 – Изотермы сжатия раствора №1(слева) и раствора №2 (справа)

Заключение. При выполнении дипломной работы были собраны и проанализированы интернет-источники, оригинальные научные статьи, монографии по различным направлениям наноэлектроники в области исследования квантовых точек. Анализ источников различного характера демонстрирует интерес практического использования квантовых точек в наноэлектронике, что приводит к выводу о необходимости экспериментального исследования их свойств и параметров.

Освоена технология Люнгмюра - Блоджетт формирования монослоев частиц кремния в олеиновой кислоте на поверхности водной субфазы,

исследованы свойства получаемого монослоя в зависимости от концентрации поверхностно-активной добавки.

Был проведен теоретический анализ влияния количества ПАВ на размер частиц, вывод формулы расчета необходимого количества вещества ПАВ для размеров определенных частиц для предотвращения агрегации.

Проведен ряд экспериментов по установлению связи между длительностью УЗ-обработки и размером частиц, связь нелинейна, и ПАВ не играет ключевую роль в изменении размера частиц в данных количествах.

Список использованных источников

1 Гусев, А. И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии / А. И. Гусев. – М. : Наука-Физматлит. 2007. - 416 с.

2 Rempel, A. A. Nanocrystalline Materials / A. A. Rempel, A. I. Gusev – Cambridge : Cambridge International Science Publishing. 2004. - 351 с.

3 Технология Ленгмюра – Блоджетт [Электронный ресурс] / gpedia.com [Электронный ресурс] : [сайт]. URL: http://www.gpedia.com/ru/gpedia/Технология_Ленгмюра_–_Блоджетт (дата обращения: 09.06.2019). Загл. с экрана. Яз. рус.

4 Термическая плазма в нанотехнологиях [Электронный ресурс] // День за днём [Электронный ресурс] : [сайт]. – URL: <http://www.den-za-dnem.ru/page.php?article=208> (дата обращения: 12.06.2019). – Загл. с экрана. – Яз. рус.

5 Суздаев, И. П. Нанотехнология: Физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов / Суздаев И. П. – М.: Либроком. 2009. - 592 с