

С.В. Лановецкий, Д.И. Зыков, В.З. Пойлов

Березниковский филиал
Пермского государственного технического университета

ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ УЛЬТРАЗВУКОВОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА ДИСПЕРСНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ГИДРОКСИДА МАГНИЯ

С помощью лазерного анализатора частиц выявлены закономерности изменения среднего размера частиц гидроксида магния в зависимости от режима ультразвуковой обработки. Установлено, что на размер частиц гидроксида магния существенное влияние оказывает концентрация исходных реагентов, объем обрабатываемой среды, интенсивность и длительность ультразвукового воздействия.

Получение и исследование свойств высокодисперсных порошков различных веществ является основным направлением современной науки. Во-первых, это обусловлено практической необходимостью создания новых материалов, что в ряде случаев возможно только с использованием порошкообразных составляющих; во-вторых, проблема изучения очень малых частиц, особенно имеющих размеры менее 100 нм, является составной частью более общей фундаментальной области знания, собирательно называемой «нанотехнология».

С другой стороны, развитие малотоннажного производства химических продуктов определяет ускорение научно-технического прогресса и повышение качества продукции во многих отраслях промышленности и сельского хозяйства. Это в полной мере относится и к ряду оксидов металлов, без использования которых невозможно представить современную промышленность.

В связи с этим расширяются научные исследования, посвященные новым областям применения и способам получения ультрадисперсных и нанодисперсных порошков [1–4]. Значительный интерес в этой области представляет оксид магния, который используется в качестве катализатора при хлорировании углеводородов, деструктивного адсорбента при взаимодействии с альдегидами, кетонами и спиртами

[5], антибактерицидного агента [6], в биохимических исследованиях для борьбы с биологическим оружием и различными биотоксикологическими заболеваниями. Оксид магния находит широкое применение в качестве огнеупорного и высокотемпературного изоляционного материала [7], для дезактивации химического оружия и боевых отравляющих веществ [5], а также используется в качестве огнестойкой добавки в жидкокристаллических, плазменных мониторах [8]. Таким образом, оксид магния привлекателен для фундаментальной и практической области исследования.

Получение высокодисперсного гидроксида магния с контролируемыми физико-химическими свойствами является необходимой стадией получения ультрадисперсного оксида магния. Существует множество способов получения ультрадисперсного оксида магния, включая газофазный синтез [9], золь-гель-метод [10], плазмохимический синтез [11], механосинтез [12]. Сравнительный анализ технологий синтеза показывает, что среди всех методов получения ультрадисперсного оксида магния метод осаждения из коллоидных растворов обладает наиболее высокой селективностью, сочетает простоту и доступность с экологической безопасностью и высоким выходом продукта. К тому же данный метод позволяет получать стабилизированные частицы контролируемого размера с узким распределением по крупности за счет использования различных химических методик и варьирования условий проведения процесса. Поэтому данный метод послужил основой для исследования.

Расширить возможности метода химического осаждения и улучшить свойства получаемых при этом продуктов позволяет применение дополнительных физико-химических воздействий на реакционную среду в процессе синтеза. Перспективным является использование ультразвукового воздействия в условиях химического синтеза [13].

Мощные ультразвуковые колебания – средство активного воздействия на тепло- и массообменные процессы в жидкости, на структуру и свойства твердых тел, на скорость и качество химических реакций.

При излучении в жидкость интенсивной ультразвуковой волны в жидкой среде возникает явление кавитации – явление разрыва капельной жидкости под действием растягивающих напряжений в полупериод разрежения, т.е. образование полостей, заполненных газом, паром или их смесью. При схлопывании кавитационных полостей в полупериод сжатия в жидкой среде развивается ударная волна, развивающая

давление порядка нескольких атмосфер [14]. Воздействие ультразвука в нормальных условиях также сопровождается такими явлениями, как интенсификация массопереноса, нагрев обрабатываемой среды.

Благодаря вышеперечисленным явлениям, синтез оксидных фаз может сопровождаться следующими специфическими для ультразвукового воздействия эффектами: созданием дополнительных центров зародышеобразования, возникающих на кавитационных пузырьках, увеличением скорости роста частиц новой фазы за счет увеличения эффективных коэффициентов диффузии ионов, разрушением агрегатов частиц под действием ударных волн.

Использование мощного ультразвука при производстве наноматериалов – быстро развивающееся и многообещающее направление научных изысканий, что подтверждается ростом количества публикаций по данной тематике. Применение ультразвукового излучения во многих случаях дает значительные преимущества, а иногда является единственным эффективным решением проблем, связанных с синтезом и последующим применением наночастиц.

Экспериментальная часть. Акустическая кавитация осуществлялась в открытом сосуде из стекла объемом 250 мл. Источником ультразвукового излучения был аппарат ИЛ100-6. Рабочая частота прибора $(22 \pm 2,2)$ кГц.

Ультразвуковая установка состояла из лабораторной стойки, ультразвукового генератора, магнитострикционного преобразователя и трех волноводов-излучателей. Регулировка мощности и использование трех различных волноводов-излучателей (с коэффициентом усиления 1:0,5; 1:1 и 1:2) позволили получить различную амплитуду ультразвуковых колебаний от 0 до 80 мкм.

С целью определения размеров частиц образцы гидроксида магния, полученные при различных условиях синтеза, анализировали с помощью лазерного анализатора частиц «Microsizer 201».

В ходе проведения опытов исследовалось влияние на размер частиц исходной концентрации растворов нитрата магния и осадителя, мощности ультразвукового излучения, амплитуды колебаний и интенсивности излучения.

Результаты и их обсуждение. Для изучения влияния концентрации исходных реагентов на размер агрегированных частиц $Mg(OH)_2$ использовали растворы нитрата магния с концентрациями 10, 20, 30 % и растворы гидроксида аммония с концентрациями 10, 15, 22 %. Дли-

тельность ультразвукового воздействия составляла 3 мин при мощности ультразвукового облучения 1500 Вт с частотой колебаний 22 кГц. В результате математической обработки результатов была получена зависимость среднего диаметра частиц гидроксида магния от концентрации исходных реагентов (рис. 1).

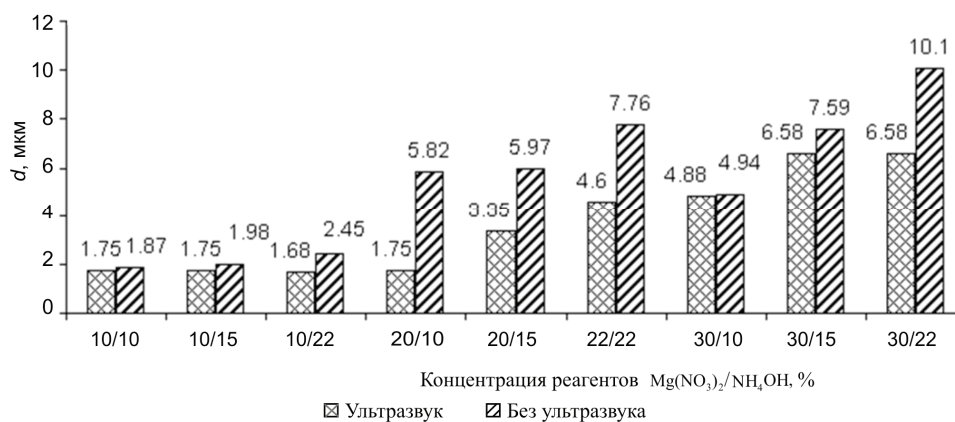


Рис. 1. Зависимость средних значений размеров частиц от концентрации растворов $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ и NH_4OH

При малых концентрациях исходных реагентов скорость создания пересыщения мала и ультразвуковое воздействие препятствует слипанию частиц и их агломерации. Средний диаметр частиц составляет 1,75 мкм. При увеличении концентрации реагентов происходит повышение скорости создания пересыщения, что способствует образованию большого количества агрегированных частиц. Ультразвуковое воздействие при данных условиях не позволяет преодолеть силы образующихся связей, следствием чего является агломерация и агрегация частиц.

Для нахождения оптимальных параметров ультразвукового поля были проведены эксперименты при различных интенсивностях и времени ультразвукового воздействия с оценкой среднего диаметра частиц. Для исследования влияния данных параметров использовались растворы нитрата магния с концентрацией 20 % и гидроксида аммония с концентрацией 10 %. Исследование проводилось при мощности ультразвукового излучения 750 Вт. Полученные результаты представлены на рис. 2, 3.

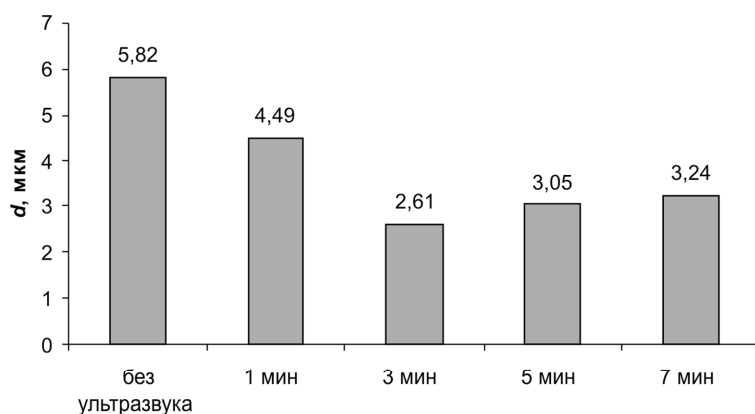


Рис. 2. Зависимость средних значений размеров частиц от времени ультразвукового воздействия

С увеличением длительности ультразвуковой обработки средний диаметр частиц уменьшается. После 3 мин уменьшение размеров частиц сменяется возрастанием, что связано нагревом обрабатываемой среды. При увеличении температуры скорость линейного роста кристаллов начинает преобладать над скоростью зародышеобразования, поэтому дисперсность гидроксида магния снижается.

Для исследования влияния интенсивности ультразвукового излучения были использованы волноводы, позволяющие получить различную интенсивность ультразвуковых колебаний. Полученные результаты представлены на рис. 3.

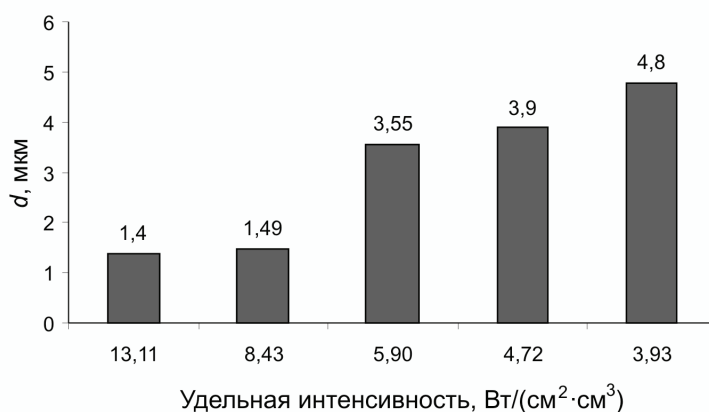


Рис. 3. Зависимость средних значений размеров частиц от удельной интенсивности ультразвукового воздействия

Проанализировав полученные данные, можно сделать вывод, что увеличение мощности ультразвукового воздействия и повышение амплитуды ультразвуковых колебаний способствуют уменьшению среднего диаметра частиц. Увеличение интенсивности способствует повышению дисперсности частиц гидроксида магния.

Для исследования совместного влияния ультразвуковых колебаний и поверхностно-активных веществ проводили серию экспериментов с добавкой изобутилового спирта. Для проведения опыта в 20%-й раствор нитрата магния вводили добавку спирта в количестве 7 % от исходной массы раствора нитрата магния. Исследование проводилось при мощности ультразвукового излучения 1500 Вт. Результаты исследования приведены на рис. 4.

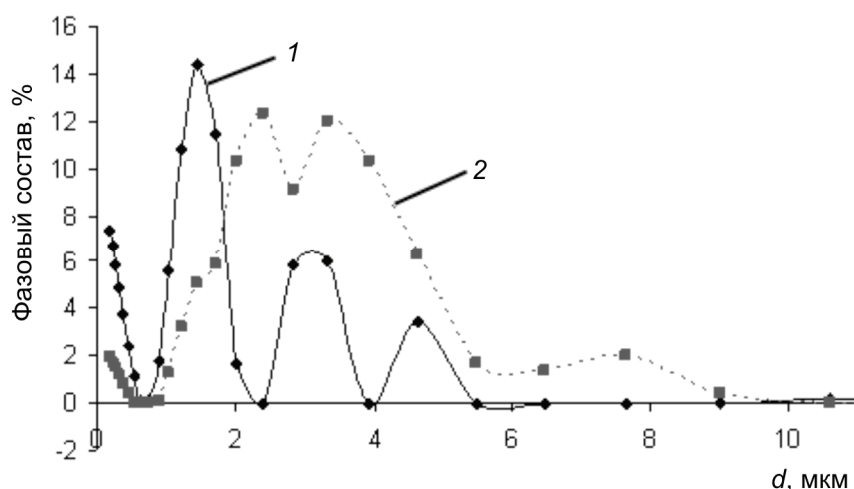


Рис. 4. Распределение частиц гидроксида магния при совместном влиянии ультразвука и ПАВ: 1 – без ультразвука; 2 – ультразвук+ПАВ

Исследования показали, что совместное использование ультразвукового воздействия и поверхностно-активных веществ не целесообразно. Это объясняется тем, что ультразвук разрушает «пленки», которые образуются вокруг частиц при использовании ПАВ.

Для исследования влияния объема обрабатываемой среды были выбраны различные реакционные объемы при одинаковом соотношении реагентов. Исследование проводилось при мощности ультразвукового излучения 1500 Вт. Результаты представлены на рис. 5.

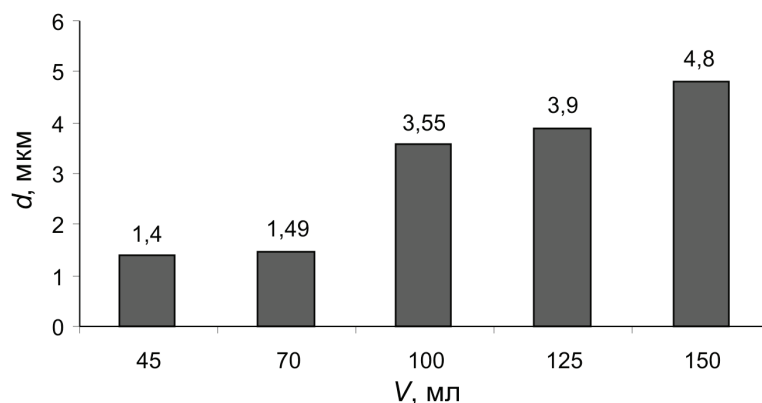


Рис. 5. Зависимость средних значений размеров частиц от объема обрабатываемой среды

Исследования показали, что при увеличении объема обрабатываемой среды эффективность ультразвука уменьшается. Это связано с тем, что ударные волны, которые должны разрушать агрегаты частиц, гасятся в объеме среды.

Таким образом, ультразвуковое воздействие оказывает значительное влияние на средний размер частиц гидроксида магния. Максимальный эффект от применения ультразвукового устройства достигается при высоких концентрациях исходных реагентов. Увеличение мощности ультразвукового воздействия и повышение амплитуды ультразвуковых колебаний способствуют увеличению дисперсности частиц гидроксида магния.

Список литературы

1. Rodriguez J.A. Synthesis, Properties, and Applications of Oxide Nanomaterials. – John Wiley & Sons. Inc., publication, 2007. – 718 p.
2. Стороженко П.А., Гусейнов Ш.Л., Малашин С.И. Нанодисперсные порошки: методы получения и способы практического применения // Российские нанотехнологии. – 2009. – Т. 4, № 1–2. – С. 27–39.
3. Влияние метода приготовления на структурные свойства диоксида циркония, модифицированного молибдат-анионами / А.В. Казбанова [и др.] // Изв. вузов. Химия и хим. технология. – 2008. – Т. 51, №. 6. – С. 36–38.
4. Тесакова М.В., Парфенюк В.И., Ильин А.А. Физико-химические и каталитические свойства ультрадисперсных (наноразмерных) медьсодержащих порошков, полученных электрохимическим

методом // Изв. вузов. Химия и хим. технология. – 2008. – Т.51, вып.11. – С. 22–25.

5. Сергеев Г.Б. Нанохимия. – М.: Изд-во МГУ, 2003. 288 с.

6. Influence of nano-MgO particle size on bactericidal action against *Bacillus subtilis* var. *niger* / Huang Lei [et al.]. // Chinese Science Bulletin. – 2005. – Vol. 50, № 6. – P. 514–519.

7. Venkateswara K.R., Sunandana C.S. Structure and microstructure of combustion synthesized MgO nanoparticles and nanocrystalline MgO thin films synthesized by solution growth route // Journal of Materials Science. – 2008. – Vol. 43, № 1. – P.146–154.

8. Jo-Yong Park, Yun-Jo Lee. Chemical Synthesis and Characterization of Highly Oil Dispersed MgO Nanoparticles // J. Ind. Eng. Chem. – 2006. – Vol. 12, № 6. – P. 882–887.

9. Получение нанопорошков на ускорителе электронов / С.П. Бардаханов [и др.] // Докл. РАН. – 2006. – Т. 409, № 3. – С. 320–323.

10. Preparation of nanometer MgO by sol-gel autocombustion / Haihong Fang [et al.] // Frontiers of Chemistry in China. – 2008. – Vol. 3, № 2. – P. 193–197.

11. Yong Cheol Honga, Han Sup Uhm. Synthesis of MgO nanopowder in atmospheric microwave plasma torch // Chemical Physics Letters. – 2006. – Vol. 422, № 1-3. – P. 174–178.

12. Рыжонков Д.И., Левина Э.Л., Дзидзигури Э.Л. Наноматериалы. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2008. – 365 с.

13. Кереметин П.П., Парилов П.С., Муллакаев М.С. Определение технологических параметров сонохимической очистки нефтезагрязненных вод // Химическая технология. – 2010. – Т. 11, № 1. – С. 56–62.

14. Стеблева О.В., Верещагин А.Л., Леонов Г.В. Способ получения наночастиц углеродной фазы в процессе ультразвуковой кавитации // Ползуновский вестник. – 2008. – № 1–2.

Получено 6.12.2010