

## ИССЛЕДОВАНИЕ ОДНОРОДНОСТИ СОСТАВА ГИДРОЗОЛЕЙ ДЕТОНАЦИОННЫХ НАНОАЛМАЗОВ МЕТОДАМИ ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

А.Л. Верещагин, Н.В. Бычин, В.Н. Беляев

*В статье приведены результаты исследования дегидратации гидрозолей детонационных алмазов методами ДТА/ТГА при скоростях нагревания 0,2, 0,5, 2,0 и 10 град/мин. Установлено наличие пяти видов гидрозолей и предложено описание процесса дегидратации.*

*Ключевые слова: гидрозоли детонационных наноалмазов, ДТА, ТГА, различные скорости нагревания.*

### ВВЕДЕНИЕ

Детонационные наноалмазы (ДНА) характеризуются размером частиц 4 нм и площадью удельной поверхности 300 м<sup>2</sup>/г [1]. Первые исследования природы этих гидрозолей показали их кластерную природу [2]. После изменения состава поверхностных групп в результате глубокой очистки, или модифицирования от 0,2 до 10 град/мин.

### ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ

Для исследования был взят образец гидрозоля с массовой долей ДНА 23%, предоставленный НПО «Алтай» (г.Бийск).

Образец водной суспензии марки УДА-В был получен путем реализации технологии очистки ОАО «ФНПЦ «Алтай», заключающейся в кислотной и щелочной обработки алмазоуглеродного порошка детонационного синтеза.

Показатели образца ДНА приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Свойства образца ДНА

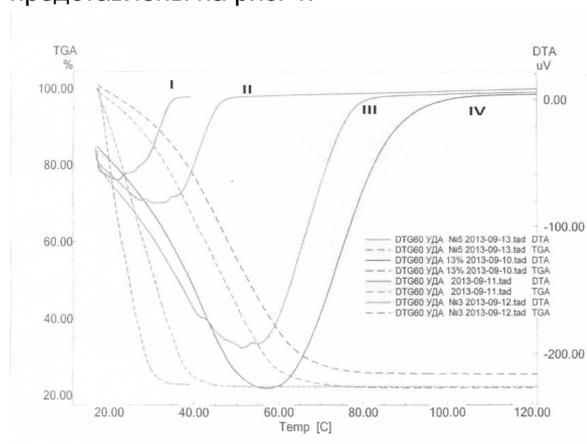
Свойства	Значение	Метод измерения
Размер первичных частиц, нм	4 – 6	Рентгенофазовый анализ
Размер агрегатов, нм	10 – 1500	Микроскопия
Плотность, г/см <sup>3</sup>	3,0±0,1	Пикнометрия
Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /г	260±30	Метод БЭТ
Массовая доля алмазной фазы, %, не менее	95,0	Химический анализ
Массовая доля негорючих примесей в твердой фазе, %, не более	5,0	Метод сжигания
Химические примеси	O,N,H	Элементный анализ

кации были получены устойчивые алмазные гели [3]. Исследования оптических свойств гидрозолей ДНА показало их структурную неоднородность [4].

Целью настоящей работы является исследование состава гидрозолей ДНА в процессе дегидратации при скоростях

Исследование дегидратации гидрозоля ДНА проводилось методами ДТА/ТГА и ДСК на термоанализаторе Шимадзу-60 (Shimadzu, Япония) в атмосфере азота со скоростями нагрева 0,2; 0,5; 2,0 и 10 град/мин в диапазоне температур от 20 °С до 120 °С до постоянной массы – до завершения процесса дегидратации.

Кривые ДТА и ТГА дегидратации гидрозолей при различных скоростях нагревания представлены на рис. 1.



**Рис. 1. Кривые ДТА и ТГА гидрозолей ДНА при различных скоростях нагревания град/мин: I – 0,2; II – 0,5; III – 2 ; IV – 10 град/мин.**

Из представленных данных следует, что при скорости нагревания 0,2 град/мин процесс дегидратации завершается при 42 °С

ПОЛЗУНОВСКИЙ ВЕСТНИК № 2 2015

## ИССЛЕДОВАНИЕ ОДНОРОДНОСТИ СОСТАВА ГИДРОЗОЛЕЙ ДЕТОНАЦИОННЫХ НАНОАЛМАЗОВ МЕТОДАМИ ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

через пять стадий, при 0,5 град/мин – 52 °С через три стадии, 2 град/мин – 86 °С через три стадии, а 10 град/мин – при – 120 °С через одну стадию.

Данные о полноте дегидратации гидрозолей ДНА представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Полнота дегидратации в условиях опыта

Скорость нагрева, град/мин	Конечная температура нагрева для расчетов, °С	Потеря массы (воды), %
0,2	39	77,2
0,5	52	76,5
2,0	87	78,0
10,0	87	75,5
Среднее значение		76,8±0,8

Исходя из представленных данных условную формулу образца гидрозоля ДНА, участвующего в процессе дегидратации можно представить как  $C(H_2O)_{2,2}$ .

Данные о стадийности процесса дегидратации при различных скоростях нагрева представлены ниже.

### Скорость нагрева 0,2 град/мин

Кривая ДТА/ТГА представлена на рисунке 2.

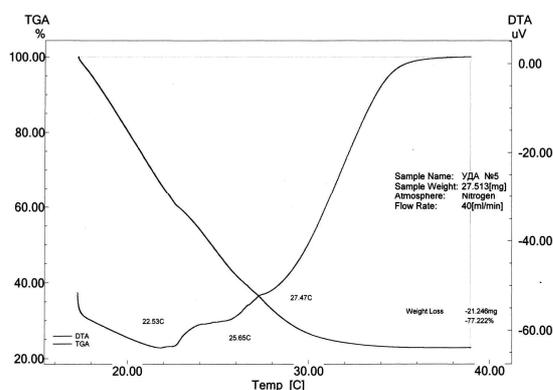


Рисунок 2 – Кривая ДТА/ТГА дегидратации ДНА при скорости нагрева 0,2 град/мин.

Результирующая кривая ДТА представляет собой суперпозицию пяти эндотермических пиков. Из них три пика с максимумами при 22,53 °С, 25,65 °С и 27,47 °С четко прослеживаются на кривой, и еще два менее различимых находятся в между первым и вторым пиком в диапазоне от 23 до 25 °С.

### Скорость нагрева 0,5 град/мин

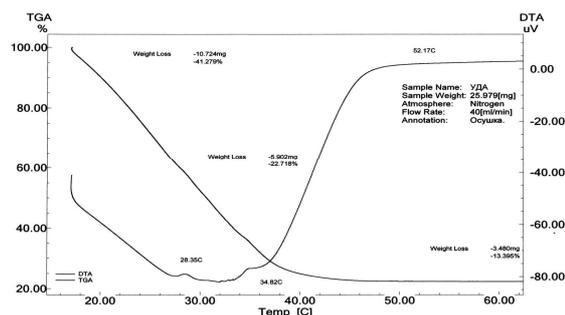


Рисунок 3 – Кривая ДТА/ТГА дегидратации ДНА при скорости нагрева 0,5 град/мин.

Результирующая кривая представляет собой суперпозицию двух эндозффектов с максимумом в области 32 °С. (одного узкого в области 28-34 °С) и второго (широкого) в области 20-52 °С.

Анализ кривой ТГА позволяет предположить, что при протекании широкого эндозффекта теряется  $41,28 + 13,40 = 54,68\%$  воды, а узкого – 22, 78%.

Результирующая кривая ДТА представляет собой суперпозицию трех эндотермических пиков с максимумами при 28 °С, 32 °С и 37 °С.

Стадийность дегидратации подтверждаются и данными ТГА:

Температурный диапазон, °С	Потеря массы, %
20 – 28	41,3
28 – 32	22,7
32 – 52	13,4

### Скорость нагрева 2 град/мин

Кривая ДТА/ТГА представлена на рисунке 4.

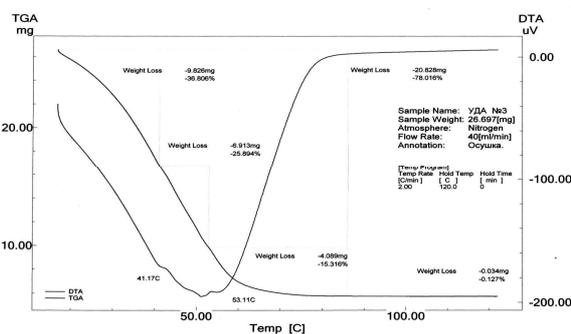


Рисунок 4 – Кривая ДТА/ТГА дегидратации ДНА при скорости нагрева 2 град/мин.

Результирующая кривая ДТА представляет собой суперпозицию трех эндотермических пиков с максимумами при 41,2 °С, 51,2 °С и 54 °С.

Стадийность дегидратации подтверждаются и данными ТГА:

Температурный диапазон, °С	Потеря массы, %
20,0 – 41,2	36,8
41,2 – 53,1	25,9
53,1 – 86	15,3

Эти данные близки с данными предшествующего опыта.

**Скорость нагревания 10 град/мин**

Кривая ДТА/ТГА представлена на рисунке 5.

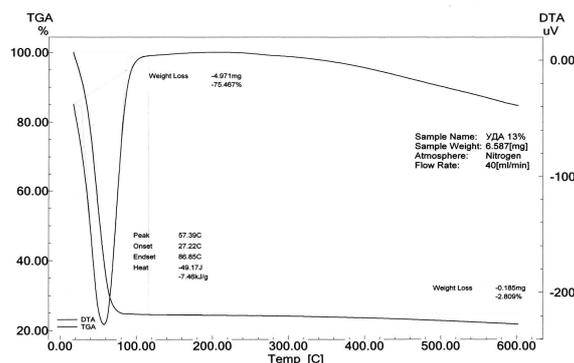


Рисунок 5 – Кривая ДТА/ТГА дегидратации ДНА при скорости нагревания 10 град/мин.

В отличие от предшествующих вариантов дегидратация протекает в одну стадию с максимумом при 57,4 °С с тепловым эффектом -7,46 кДж/г.

### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Представленные данные указывают на сложный характер взаимодействия гидрофильной поверхности ДНА с водой. Наличие нескольких состояний гидрозолей может быть связано с составом поверхностных групп ДНА, которые могут определять характер взаимодействия и агрегации. Поскольку гидрозоли ДНА неустойчивы, то необходимо исследовать их изменения в процессе старения на возможность процессов синерезиса. Для этих целей можно будет использовать и методы термического анализа.

### ВЫВОД

При скоростях нагревания 0,2-2,0 град/мин в гидрозоли детонационных наноалмазов обнаруживается не менее пяти видов гидрозолей, которые параллельно участвуют в процессе дегидратации.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Vereschagin A.L., Properties of ultrafine diamond clusters from detonation synthesis / A.L. Vereschagin, G.V. Sakovich, V.F. Komarov, E.A.

Petrov // Diamond and related materials. 1994. Т. 3. № 1-2. С. 160-162.

2. Сакович Г.В., Агрегация алмазов, полученных из взрывчатых веществ / Г.В. Сакович, В.Д. Губаревич, Ф.З. Бадаев, П.М. Брыляков, О.А. Беседина // Доклады Академии Наук. 1990. Т. 310. № 2. С. 402.

3. M. Ozawa, M. Inakuma, M. Takahashi, F. Kataoka, A. Krueger, E. Osawa / Preparation and behaviour of brownish clear nanodiamond colloids // Adv. Mater. 2007, 19, 1201-1206.

4. Алексенский А.Е. Оптические свойства гидрозолей детонационных наноалмазов/ А.Е. Алексенский, А.Я. Вуль, С.В. Коняхин, К.В. Рейх, Л.В. Шаронова, Е.Д. Эйдельман // Физика твердого тела, 2012, том 54, вып. 3, С.541-548.

**Верещагин Александр Леонидович** – д.х.н., профессор, заведующий кафедрой общей химии и экспертизы товаров, Бийский технологический институт (филиал) ГОУВПО АлтГТУ, тел. (3854)435318, e-mail: val@bti.secna.ru.

**Бычин Николай Валерьевич** – ведущий инженер кафедры общей химии и экспертизы товаров, Бийский технологический институт (филиал) ГОУВПО АлтГТУ, тел. (3854)435318, e-mail: val@bti.secna.ru.

**Беляев Вячеслав Николаевич** – кандидат технических наук, доцент, начальник лаборатории ОАО «ФНПЦ «Алтай», г. Бийск, Алтайский край, тел. (3854)301008, e-mail: val@bti.secna.ru.