

Влияние ультразвуковой обработки и выдержки в среде этилового спирта на распределение по размерам и степень агломерации нанопорошков системы $ZrO_2 - Y_2O_3 - CeO_2 - Al_2O_3$

И. В. Анциферова, Е. Н. Макарова

Изучено влияние ультразвуковой обработки (УЗ) и выдержки в среде этилового спирта на параметры, регулирующие токсичность наночастиц — распределение по размерам и степень агломерации нанопорошков систем $ZrO_2 - Y_2O_3 - CeO_2$ и $ZrO_2 - Y_2O_3 - CeO_2 - Al_2O_3$. Нанопорошки обоих составов в среде этилового спирта выдерживали в течение 4 и 26 ч. УЗ дисперсий нанопорошков была проведена в два этапа: в УЗ ванне при помощи УЗ дезинтегратора (500 Вт, 22 кГц). Исследовано распределение по размерам и степень агломерации наночастиц исследуемых систем методами лазерной дифракции, высокоскоростной седиментации и сканирующей электронной микроскопии. Установлено, что порошки обоих составов состоят из агломерированных нанодисперсных частиц. Полученные результаты свидетельствуют, что предварительная выдержка в среде этилового спирта и последующая УЗ обработка позволяют разрушить агломераты и непосредственно определить размер наночастиц порошка.

Ключевые слова: наночастицы системы $ZrO_2 - Y_2O_3 - CeO_2 - Al_2O_3$, размер, распределение по размерам, степень агломерации, токсичность, нанотоксикология, метод лазерной дифракции, высокоскоростная седиментация.

Введение

Интерес к конструкционным материалам на основе ZrO_2 определяется уникальным сочетанием их высокой прочности и вязкости разрушения, стойкости к воздействию агрессивных химических сред, низкой теплопроводности, огнеупорности, ионной проводимости, биоинертности. Эти материалы, используют для создания биоимплантатов, конструкционной и режущей керамики, твердых электролитов для топливных ячеек.

Эпидемиологические и клинические исследования на животных влияния ультрадисперсных частиц, в том же диапазоне размеров < 100 нм показывает, что воздействие этих частиц может вызывать серьезные неблагоприятные последствия для здоровья [1, 2]. Последние результаты токсикологических исследований некоторых искусственно созданных наночастиц подтвердили, что они могут считаться потенциально вредными из-за их высокой удельной

поверхности и уникальных физико-химических свойств [3, 4].

Большое значение имеет точная характеристика наночастиц на разных стадиях жизненного цикла, для того чтобы соотнести свойства наночастиц с их токсичностью и обеспечить воспроизводимые и полноценные результаты [5, 6]. Был определен важный набор свойств, который должен быть рассмотрен в токсикологических исследованиях, включающий размер, степень дисперсности, поверхностный заряд, форму, химический состав, удельную поверхность и поверхностные явления [7, 8]. Особенно существенна характеристика наночастиц в реальном биологическом испытании (введение и после введения в организм), так как потенциальные физико-химические изменения (например, степень агломерации и изменение поверхностного заряда) могут оказать значительное влияние на наблюдаемые токсикологические реакции [9, 10]. На характеристику поверхности наночастиц влияют агломерация в дисперсионной

среде и распределение по размерам, которые могут быть изменены путем воздействия УЗ обработки и длительной выдержки в разных растворах. На поглощение и перемещение наночастиц в организме также влияет морфология частиц и их форма [3, 5, 6].

Знание об определяющих параметрах дисперсионного состояния будет иметь значительные последствия при подготовке образца для токсикологических исследований и интерпретация ответной биологической реакции. Все более широкое использование наноматериалов вызывает обеспокоенность по поводу долгосрочного влияния и хронического воздействия наночастиц на здоровье человека [11]. Наночастицы накапливаются в разных органах и помимо изучения размеров, форм, поверхностных свойств и путей введения требуется определить, как физико-химические свойства наночастиц и размер дозы могут повлиять на их накопление в организме.

Цель работы — исследование влияния УЗ обработки и выдержки в среде этилового спирта на распределение по размерам и степень агломерации нанопорошков систем $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2$ и $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2 - 3Al_2O_3$.

Исходные материалы

Для решения поставленной задачи в качестве исходных материалов использовали порошки системы $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2$ и $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2 - 3Al_2O_3$. Для синтеза нанопорошков были использованы: нитрат иттрия $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, оксихлорид церия $ZrOCl \cdot 8H_2O$, нитрат церия $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, нитрат алюминия $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$, этиловый спирт, 25 %-й водный раствор аммиака NH_4OH .

Методики и объекты исследования

Распределение по размерам и степень агломерации порошков определяли методами: лазерной дифракции на лазерном анализаторе размера частиц Analyzette 22 NanoTec (Fritsch, Германия), седиментации на высокоскоростной дисковой центрифуге CPS Disc Centrifuge 24000 (CPS Instrument Inc., США). Размер и морфологию частиц исследовали на автоэмиссионном сканирующем электронном микроскопе Carl Zeiss Ultra 55+ (Carl Zeiss, Германия). Исследования кинетики диспергирования нанопорошков проводили с помощью ультразвуковой обработки на УЗ диспергаторе “УЗДН-2Т” и в УЗ ванне BRANSON 1510.

Программное обеспечение оборудования для исследования распределения частиц нанопорошка по размерам (методом лазерной дифракции), проводит

статистическую обработку экспериментальных данных непосредственно при измерении. Так как распределение асимметричное для достоверной статистической обработки на среднее и стандартное отклонение полагаться нельзя, поэтому требуется медиана и мода. Статистическую обработку экспериментальных данных для результатов, полученных методом дифференциальной высокоскоростной седиментации, проводили с применением компьютерной программы Excel 2007 (Microsoft Inc., 1999). Для каждого исследуемого образца рассчитывали среднее арифметическое и стандартное среднеквадратичное отклонение. Достоверность различий между средними величинами оценивали при помощи *t*-критерия Стьюдента для уровня значимости $\alpha = 0,05$.

Результаты и их обсуждение

Для выявления параметров регулирующих токсикологию наночастиц для прогнозирования токсичности проведены исследования размеров, распределение по размерам, степени агломерации и формы частиц порошка системы $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2$ и $ZrO_2 - Y_2O_3 - CeO_2 - Al_2O_3$.

Результаты измерения гранулометрического состава пробы порошка системы $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2$, полученного золь-гель методом, приведены на рис. 1 и в табл. 1. Согласно полученным результатам порошок относится по диапазону к классу весьма тонких и ультратонких.

На рис. 1 приведены распределения полученные для проб: *a* — помещенной в УЗ ванну в виде порошка, *б* — загруженной в УЗ ванну в виде суспензии порошка в дистиллированной воде предварительно обработанной в течение 5 мин в УЗ ванне BRANSON 1510. Распределение на рис. 1*a* имеет бимодальную форму. Часть распределения в диапазоне от 0,50 до 12 мкм является нормальным с максимумом при 7,90 мкм. 50% частиц пробы имеют размер менее 3,20 мкм, а 15,1% — менее 500 нм. Средний размер частиц составил 4,21 мкм (табл. 1).

При применении УЗ обработки пробы до загрузки в ванну верхняя граница размеров частиц порошка $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2$ уменьшилась от 11,86 до 8,68 мкм. Средний размер частиц снизился от 4,21 до 3,05 мкм. Содержание фракции менее 500 нм увеличилось от 15 до 17% (табл. 1).

Можно утверждать, что порошок системы $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2$ состоит из агломератов частиц, где 3,05 мкм — это средний размер агломерата, а не отдельной частицы. При предварительной УЗ обработке происходит частичное разрушение микронных агломератов (верхняя граница уменьшилась от

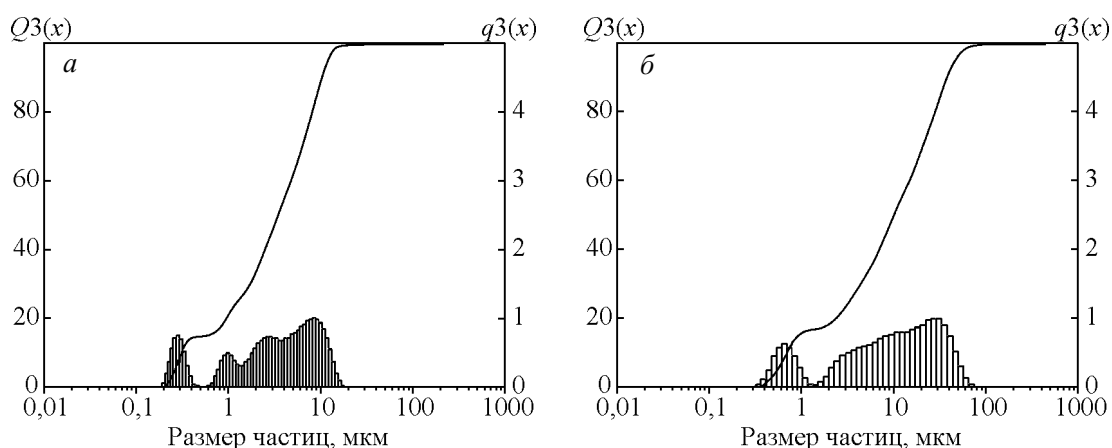


Рис. 1. Распределение частиц порошка $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2$ по размерам: *a* – без предварительной обработки ультразвуком, *б* – после предварительной обработки ультразвуком в течение 5 мин.

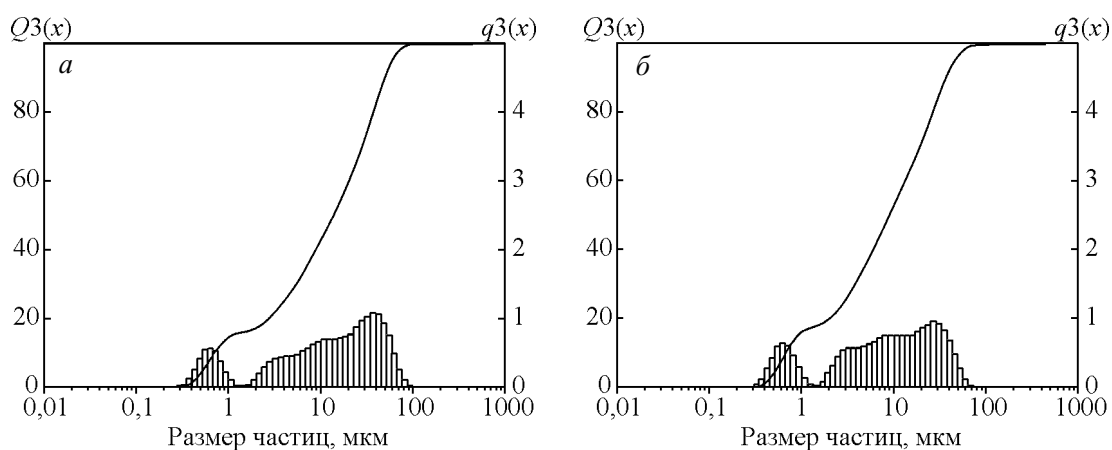


Рис. 2. Распределение частиц порошка $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2 - 3Al_2O_3$ по размерам: *a* – без предварительной обработки пробы ультразвуком, *б* – после предварительной обработки ультразвуком в течение 5 мин.

Таблица 1

Влияние дополнительной УЗ обработки на параметры размеров частиц порошка $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2$

№	Обработка	Среднее, мкм	Мода, мкм	Медиана, мкм	Содержание частиц размером, %			Верхняя граница мкм
					<1 мкм	<0,5 мкм	<0,1 мкм	
1	без предварительного диспергирования	4,21	7,90	3,19	23	15	0	11,86
2	предварительная обработка УЗ в течение 5 мин	3,05	5,34	2,34	27	17	0	8,68

Таблица 2

Влияние дополнительной ультразвуковой обработки на параметры размеров частиц порошка $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2 - 3Al_2O_3$

№	Обработка	Среднее, мкм	Мода, мкм	Медиана, мкм	Содержание частиц размером, %			Верхняя граница мкм
					<1 мкм	<0,5 мкм	<0,1 мкм	
1	без предварительного диспергирования	3,82	6,78	2,98	24	16	0	10,71
2	предварительная обработка УЗ в течение 5 мин	2,91	5,34	2,15	29	18	0	6,69

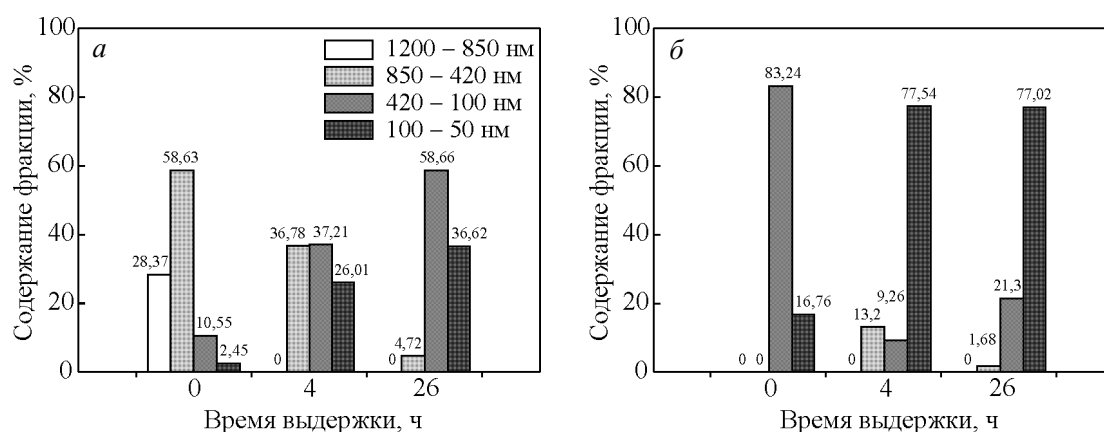


Рис. 3. Влияние продолжительности выдержки на гранулометрический состав порошков: а – $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2$, б – $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2 - 3Al_2O_3$.

11,86 до 8,68 мкм) и постепенное уменьшение среднего размера частиц.

Анализ размеров частиц порошка системы $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2 - 3Al_2O_3$, полученный зольгель методом с добавлением 3% Al_2O_3 , показал, что они относятся к диапазону классов весьма тонких и ультратонких (рис. 2, в табл. 2.)

Сравнение полученных результатов проб порошка системы $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2 - 3Al_2O_3$ выявило, что при УЗ обработки 5 мин размер частиц (агломератов частиц) уменьшается от 3,82 до 2,91 мкм, при этом содержание частиц (агломераты частиц) с размером менее 500 нм составляет 18 %. Мы предполагаем, что при данной методике были определены не сами частицы, а агломераты частиц. Агломераты постепенно разрушаются под воздействием УЗ.

Как было продемонстрировано ранее, исследуемые порошки систем $ZrO_2 - Y_2O_3 - CeO_2$ и $ZrO_2 - Y_2O_3 - CeO_2 - Al_2O_3$ находится в агломерированном состоянии. Для исследований *in vitro* и *in vivo* необходимо, чтобы порошок был диспергирован в растворах. Для того чтобы эффективно диспергировать порошок должно быть применено внешнее воздействие для преодоления притяжения сил

Ван-дер-Ваальса. УЗ обработка является широко используемым методом для диспергирования агломератов, так как это может образовать в жидкости каверны или микро-пустоты. Формирование и разрушение каверн может накладывать силу трения на агломераты, способную преодолеть силы Ван-дер-Ваальса, удерживая их вместе. Тем не менее, приложенных сил не достаточно, чтобы разрушить жесткие связи агрегатов. Эффективность диспергирования наночастиц регулируется преимущественно подводом удельной энергии, которая является функцией объема дисперсионной системы, мощности и времени. УЗ ванна и УЗ зонд два наиболее распространенных метода УЗ обработки. УЗ ванна создает область активных зон, где происходит кавитация, и каждая из них имеет низкую концентрацию каверн, в то время как УЗ зонд создает одну активную зону с высокой концентрацией каверн.

При измерении гранулометрического состава порошков $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2$ и $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2 - 3Al_2O_3$ методом дифференциальной высокоскоростной седиментации исследуемый порошок был предварительно обработан ультразвуком. Согласно исследованиям, приведенным в [12] наиболее эффективно разбивает агломераты частиц

Таблица 3

Гранулометрические составы порошков $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2$ и $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2 - 3Al_2O_3$, в зависимости от выдержки в среде этилового спирта, определенные методом высокоскоростной седиментации

Диапазон измерения размеров частиц, нм	$ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2$			$ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2 - 3Al_2O_3$		
	Содержание частиц при времени выдержки, %					
	0	4 ч	26 ч	0	4 ч	26 ч
1200 – 850	28,37	0	0	0	0	0
850 – 420	58,63	36,78	4,72	0	13,2	1,68
420 – 100	10,55	37,21	58,66	83,24	9,26	21,3
100 – 50	2,45	26,01	36,62	16,76	77,54	77,02
Медиана, нм	543	103	95	132	58	34

УЗ зонд. Поэтому УЗ обработку проводили сначала 15 мин в УЗ ванне BRANSON 1510 и 15 мин при помощи УЗ зонда УЗДН-2Т.

В качестве жидкости для диспергирования порошков был выбран этиловый спирт, поскольку жидкость, применяемая для диспергирования, должна отвечать ряду требований: обладать высокими кавитационными свойствами для обеспечения максимальной производительности диспергирования, легко отделяться от твердого остатка по окончании обработки и сохранять чистоту обрабатываемого материала.

Данные распределения по размерам без выдержки и после выдержки в среде этилового спирта в течение 4 и 26 ч и УЗ обработки приведены в табл. 3 и на рис. 3.

Исходя из полученных данных (табл. 3, рис. 3а) видно, что до предварительной выдержки порошка $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2$ в среде этилового спирта медиана составляет 543 нм, а при измерении порошка после 4-х часовой выдержки порошка в среде этилового спирта медиана уменьшается в 5 раз и составляет 103 нм, при выдержки 26 ч в среде этилового спирта медиана становится 95 нм.

В ходе измерения было установлено, что после выдержки фракция частиц в нанометровом диапазоне увеличивается от 2,45 до 26,01 %, а при 26-и часовой выдержке возрастает до 36,62 %. Заметно изменилось процентное соотношение фракции частиц с размером 850–420 нм от 58,63 % при 4-х часовой выдержке до 4,72 % при 26-и часовой выдержке. Возросла доля частиц с размером 420 – 100 нм от 10,55 % при 4-х часовой выдержке до 58,66 % при 26-и часовой выдержке.

Из данных (табл. 3, рис. 3б) можно заметить, что добавка 3 % оксида алюминия непосредственно влияет на основной размер частиц порошка. Например, медиана порошка $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2 - 3Al_2O_3$ меняется от 132 нм без выдержки в среде этилового спирта до 58 нм при 4-х часовой выдержке, а при 26-и часовой выдержки она достигает размера 34 нм. Количество частиц в нанометровом диапазоне при 4-х и 26-ти часовой выдержке составляет более 77%. Данный факт свидетельствует о высокой степени агломерации порошка. Выдержка порошка в среде этилового спирта, приводит к ослаблению связей между частицами. Исходя из этого, агломераты легче разбиваются при УЗ обработке, длительная выдержка

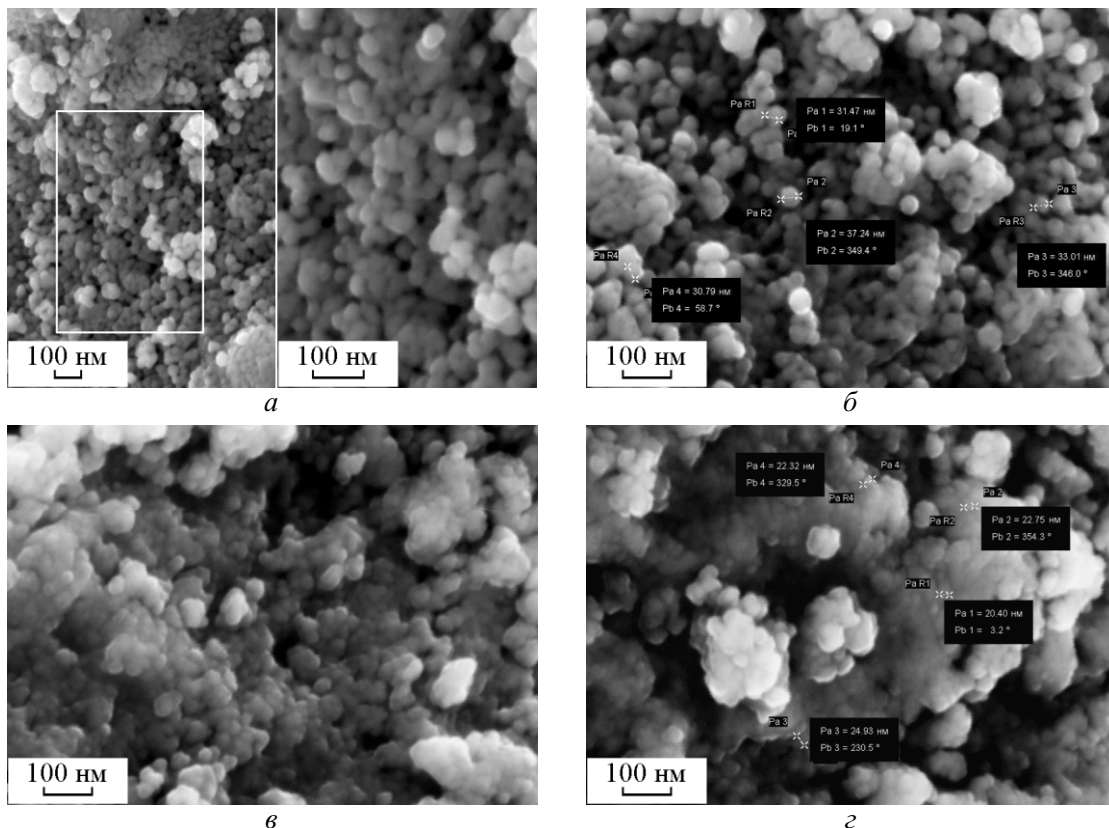


Рис. 4. СЭМ порошков: а, б – $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2$, в, г – $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2 - 3Al_2O_3$.

(в течение суток) в среде этилового спирта с последующей УЗ обработкой в ванне и зондом эффективно разбивает агломераты, позволяет нам определить истинный размер наночастиц.

Исследования порошков методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) подтвердили результаты полученные методами определения гранулометрического состава порошков. Частицы порошка $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2$ находятся в агрегированном состоянии и средний размер частицы равен 33 нм (рис. 4а, 4б). Из рис. 4в, 4г видно, что порошок $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2 - 3Al_2O_3$ состоит из агрегированных нанодисперсных частиц, средний размер отдельной частицы равен 23 нм.

Результаты исследования имеют важное значение для дальнейшего проведения токсикологических исследований и для объяснения биологических реакций организмов на введение нанопорошков. Точно также дополнительные характеристики дисперсии наночастиц (размер и поверхностный заряд) после введения в тестовых испытаниях будут особенно ценными для понимания взаимосвязи между свойствами наночастиц и их токсичностью.

Выводы

1. Рассмотрено влияние УЗ обработки и выдержки в среде этилового спирта на параметры, регулирующие токсичность наночастиц, такие как распределение по размерам и степень агломерации частиц порошков систем $ZrO_2 - Y_2O_3 - CeO_2$ и $ZrO_2 - Y_2O_3 - CeO_2 - Al_2O_3$.

2. Установлено, что частицы порошка обеих систем находятся в агрегированном состоянии со средним размером агломератов порядка 3,5 мкм.

3. Введение оксида алюминия приводит к уменьшению среднего размера от 95 до 34 нм для керамики с 3 % Al_2O_3 и фракция частиц в нанометровом диапазоне увеличивается от 36 % до 77 % для керамики с 3 % Al_2O_3 .

4. Длительная выдержка (в течение 1 суток) в среде этилового спирта, приводит к ослаблению связей между частицами, поэтому при УЗ обработке агломераты легче разбиваются.

Литература

1. Antsiferova I.V. The potential risks of exposure of nanodispersed metal and non-metallic powders on the environment and people. World Applied Sciences Journal, 2013, v. 22 (Special Issue on Techniques and Technologies), p. 34 – 39.
2. Анциферова И.В., Макарова Е.Н. Изучение методов производства наночастиц для прогнозирования рисков

воздействия наноматериалов на окружающую среду и здоровье человека. II Международная научно-практическая конференция “Фундаментальная наука и технологии — перспективные разработки”, North Charleston, 28 – 29 ноября 2013, North Charleston, SC, USA: Create Space, 2013, p. 113 – 117.

3. Hoshino A., Fujioka K., Oku T., Suga M., Sasaki Y.F., Ohta T. et al. Physicochemical properties and cellular toxicity of nanocrystal quantum dots depend on their surface modification. Nano Letters, 2004, v. 4, no. 11, p. 2163 – 2169.
4. Magrez A., Kasas S., Salicio V., Pasquier N., Seo J.W., Celio M. et al. Cellular toxicity of carbon-based nanomaterials. Nano Letters, 2006, v. 6, no. 6, p. 1121 – 1125.
5. Oberdorster G., Maynard A., Donaldson K., Castranova V., Fitzpatrick J., Ausman K. et al. Principles for characterizing the potential human health effects from exposure to nanomaterials: elements of a screening strategy. Particle and Fibre Toxicology, 2005, v. 2, no. 1, p. 8 – 35.
6. Jiang J., Oberdorster G., Elder E., Gelein R., Mercer P., Biswas P. Does nanoparticle activity depend upon size and crystal phase? Nanotoxicology, 2008, v. 2, no. 1, p. 33 – 42.
7. Oberdorster G., Oberdorster E., Oberdorster J. Nanotoxicology: an emerging discipline evolving from studies of ultrafine particles. Environmental Health Perspectives, 2005, v. 113, no. 7, p. 823 – 839.
8. Jiang J., Chen D.R., Biswas P. Synthesis of nanoparticles in a flame aerosol reactor (FLAR) with independent and strict control of their size, crystal phase and morphology. Nanotechnology 2007, v. 18, no. 28, p. 285 – 603.
9. Powers K.W., Palazuelos M., Moudgil B.M., Roberts S.M. Characterization of the size, shape, and state of dispersion of nanoparticles for toxicological studies. Nanotoxicology, 2007, v. 1, no. 1, p. 42 – 51.
10. Choi H.S., Liu W., Misra P., Tanaka E., Zimmer J.P., Ipe B.I. et al. Renal clearance of quantum dots. Nature Biotechnology, 2007, v. 25, no. 10, p. 1165 – 1170.
11. Powers K.W., Brown S.C., Krishna V.B., Wasdo S.C., Moudgil B.M., Roberts S.M. Research strategies for safety evaluation of nanomaterials. Part VI. Characterization of nanoscale particles for toxicological evaluation. Toxicological Sciences, 2006, v. 90, no. 2, p. 296 – 303.
12. Jiang J., Oberdorster G., Biswas P. Characterization of size, surface charge, and agglomeration state of nanoparticle dispersions for toxicological studies. Journal of Nanoparticle Research, 2009, v. 11, no. 1, p. 77 – 89.

References

1. Antsiferova I.V. The potential risks of exposure of nanodispersed metal and non-metallic powders on the environment and people. World Applied Sciences Journal, 2013, vol. 22 (Special Issue on Techniques and Technologies), pp. 34 – 39.
2. Antsiferova I.V., Makarova E.N. Izuchenie metodov proizvodstva nanochastich dlja prognozirovaniya riskov vozdeystviya nanomaterialov na okruzhajushhuyu sredyu i zdorov'e cheloveka [Analysis of nanoparticles’

- manufacture methods for prediction risks from influence of nanomaterials on the environment and human health]. The II International Scientific Conference “Fundamental science and technology — promising developments”, North Charleston, Nov. 28 – 29 2013, North Charleston, SC, USA: Create Space, 2013, pp. 113 – 117.
- Hoshino A., Fujioka K., Oku T., Suga M., Sasaki Y.F., Ohta T. et al. Physicochemical properties and cellular toxicity of nanocrystal quantum dots depend on their surface modification. *Nano Letters*, 2004, vol. 4, no. 11, pp. 2163 – 2169.
 - Magrez A., Kasas S., Salicio V., Pasquier N., Seo J.W., Celio M. et al. Cellular toxicity of carbon-based nanomaterials. *Nano Letters*, 2006, vol. 6, no. 6, pp. 1121 – 1125.
 - Oberdorster G., Maynard A., Donaldson K., Castranova V., Fitzpatrick J., Ausman K. et al. Principles for characterizing the potential human health effects from exposure to nanomaterials: elements of a screening strategy. *Particle and Fibre Toxicology*, 2005, vol. 2, no. 1, pp. 8 – 35.
 - Jiang J., Oberdorster G., Elder E., Gelein R., Mercer P., Biswas P. Does nanoparticle activity depend upon size and crystal phase? *Nanotoxicology*, 2008, vol. 2, no. 1, pp. 33 – 42.
 - Oberdorster G., Oberdorster E., Oberdorster J. Nanotoxicology: an emerging discipline evolving from studies of ultrafine particles. *Environmental Health Perspectives*, 2005, vol. 113, no. 7, pp. 823 – 839.
 - Jiang J., Chen D.R., Biswas P. Synthesis of nanoparticles in a flame aerosol reactor (FLAR) with independent and strict control of their size, crystal phase and morphology. *Nanotechnology*, 2007, vol. 18, no. 28, pp. 285 – 603.
 - Powers K.W., Palazuelos M., Moudgil B.M., Roberts S.M. Characterization of the size, shape, and state of dispersion of nanoparticles for toxicological studies. *Nanotoxicology*, 2007, vol. 1, no. 1, pp. 42 – 51.
 - Choi H.S., Liu W., Misra P., Tanaka E., Zimmer J.P., Ipe B.I. et al. Renal clearance of quantum dots. *Nature Biotechnology*, 2007, vol. 25, no. 10, pp. 1165 – 1170.
 - Powers K.W., Brown S.C., Krishna V.B., Wasdo S.C., Moudgil B.M., Roberts S.M. Research strategies for safety evaluation of nanomaterials. Part VI. Characterization of nanoscale particles for toxicological evaluation. *Toxicological Sciences*, 2006, vol. 90, no. 2, pp. 296 – 303.
 - Jiang J., Oberdorster G., Biswas P. Characterization of size, surface charge, and agglomeration state of nanoparticle dispersions for toxicological studies. *Journal of Nanoparticle Research*, 2009, vol. 11, no. 1, pp. 77 – 89.

Статья поступила в редакцию 17.10.2014 г.

Анциферова Ирина Владимировна — Пермский национальный исследовательский политехнический университет (614990, Пермский край, г. Пермь, Комсомольский пр., д. 29, ПНИПУ), Научный центр порошкового материаловедения (г. Пермь), доктор технических наук, профессор, специалист в области экологии, наноматериалов и менеджмента. E-mail: iranciferova@yandex.ru.

Макарова Екатерина Николаевна — Пермский национальный исследовательский политехнический университет (ПНИПУ), Научный центр порошкового материаловедения (г. Пермь), аспирант, специализируется в области нанотехнологии и наноматериалов. E-mail: Katimak59@gmail.com.

Study of ultrasonic treatment and pre-wetting in ethanol on $ZrO_2 - Y_2O_3 - CeO_2 - Al_2O_3$ nanopowders size distribution and agglomeration degree

I. V. Anciferova, E. N. Makarova

In this study the $ZrO_2 - Y_2O_3 - CeO_2$ and $ZrO_2 - 2Y_2O_3 - 4CeO_2 + 3\% Al_2O_3$ nanopowders were investigated. The aim of this study was to investigate the impact of ultrasonic treatment and pre-wetting in ethanol medium on the important characteristics, which regulate toxicity of nanoparticles, such as size distribution and degree of agglomeration of nanopowders. Duration of pre-wetting nanopowders both compositions in the medium of ethanol was during 4 and 26 hours. Ultrasonic treatment of nanopowder dispersions was conducted in two stages: on the first — into sonication bath, on the second by using sonication probe (500 W, 22 kHz). The size distribution and agglomeration state of $ZrO_2 - Y_2O_3 - CeO_2$ and $ZrO_2 - Y_2O_3 - CeO_2 - Al_2O_3$ nanopowders were analyzed by laser diffraction, differential high-speed sedimentation and scanning electron microscope. The obtained results showed that pre-wetting of nanopowder in ethanol medium and subsequent ultrasonic treatment allow to break the agglomerates and to directly determine the size of the nanoparticles powder.

Keywords: $ZrO_2 - Y_2O_3 - CeO_2 - Al_2O_3$ nanoparticles of system, size, size distribution, agglomeration state, toxicity, nanotoxicology, laser diffraction analysis, differential centrifugal sedimentation

Anciferova Irina — Perm National Research Polytechnic University, Scientific Center of Powder Materials Science (614990, Russia, Perm, Komsomolsky pr., 29, PNRPU), Dr Sci (Eng), professor; iranciferova@yandex.ru.

Makarova Ekaterina — Perm National Research Polytechnic University, Scientific Center of Powder Materials Science, post graduate student of Materials, technologies and design of machines Department. E-mail: Katimak59@gmail.com.