

## ОСОБЕННОСТИ АНАЛИЗА СУСПЕНЗИЙ НАНОЧАСТИЦ НИКЕЛЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ ПО МЕТОДУ ЕДИНИЧНЫХ ЧАСТИЦ

*Е.Е. Карепина, студент гр. 4Б13*

*А.Ю. Годымчук, к.т.н.*

*Томский политехнический университет, 634050, г.Томск, пр.Ленина,30,  
тел.(3822)-606-161*

*E-mail: karepina\_ee@mail.ru*

Промышленное производство и применение нанопорошков стремительно растет с каждым годом [1]. Прямым следствием роста производства является увеличение количества источников выделения наночастиц в окружающую среду и, следовательно, неизбежное взаимодействие частиц с естественной биотой. В настоящее время в литературе недостаточно данных по свойствам промышленных частиц, позволяющих прогнозировать и определять их потенциальное воздействие на гидросферу и ее организмы. Поэтому задача разработки методик и подходов, позволяющих изучить поведение промышленных нанопорошков в водных средах является актуальной.

В литературе рассматриваются в качестве перспективных методов исследования наночастиц **масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой по методу единичных частиц** (*Single particle inductively coupled plasma mass spectrometry, SP ICP-MS*), который позволяет обнаруживать и характеризовать одновременно ионы и наночастицы в низких концентрациях [2]. Основной сложностью при исследовании реальных инженерных частиц является их высокая склонность к агрегации [3] и деградации с последующим растворением [4]. Поэтому целью настоящей работы было создание методики подготовки и исследования образцов методом SP ICP-MS.

Объектами исследования были выбраны промышленные наночастицы Ni (средний размер 100 нм, производство ОАО «Передовые порошковые технологии», Томск, Россия).

Для предотвращения появления агрегатов в исследуемой суспензии было использовано механическое разделение. Для реализации данного типа разделения готовились суспензии с высокой концентрацией наночастиц: 100 мг нанопорошка добавлялись в 50 мл MilliQ воды (концентрация порошка составила 2 г/л). Полученные суспензии помезались в ультразвуковую ванну (Branson B5510) и обрабатывались ультразвуком при температуре 20°C на частоте 40 кГц в течение 60 минут. После обработки ультразвуком суспензии подвергались гидродинамическому перемешиванию (Fisher Scientific™ Digital Vortex Mixer), 3000 об/мин в течение 1 минуты. Затем суспензии, перемешанные таким образом, помещались в центрифугу на частоте при температуре 20°C на частоте 4000 об/мин на 30 минут. После центрифугирования с помощью пипетки аккуратно отделялось 10 мл супернатанта. Полученный супернатант разбавлялся в 10 раз с использованием MilliQ. Анализ проводился на приборе PerkinElmer NexION® 350X Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometer.

Результаты показали, что для суспензии, подготовленной таким образом, уже в первые часы характерно высокое количество растворенного вещества, что затрудняет анализ и не позволяет анализировать мелкие частицы, интенсивность

сигнала которых меньше порогового значения растворенного вещества. Таким образом, распределение частиц получается не полным (оберзанным слева) и очевидно не достоверным.

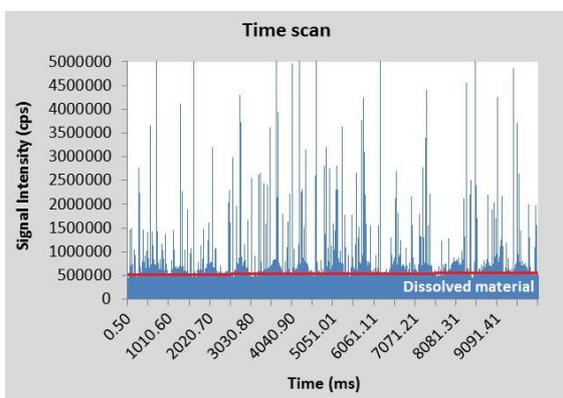


Рис.1. Интенсивность сигнала в процессе анализа до использования ионообменной колонки.

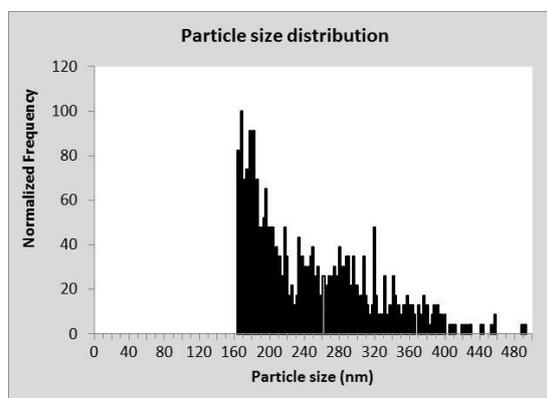


Рис.2. Распределение частиц по размерам до использования ионообменной колонки.

Для удаления растворенного вещества из образца перед анализом было решено использовать ионнообменную колонку [5], выполненную из стеклянной трубочки диаметром 5 мм и наполненную ионообменной резиной Chelex 100 ( $R-CH_2N(CH_2COO^-)_2$ ). Вновь полученные результаты подтвердили, что часть распределения была скрыта вследствие шума растворенного вещества и что использование ионообменной резны значительно улучшает результаты.

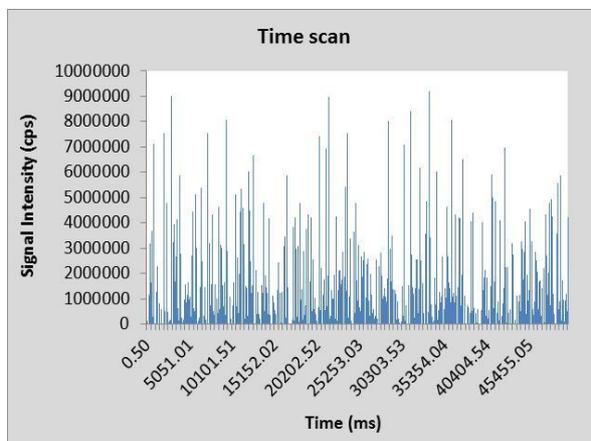


Рис. 3. Интенсивность сигнала в процессе анализа после использования ионообменной колонки.

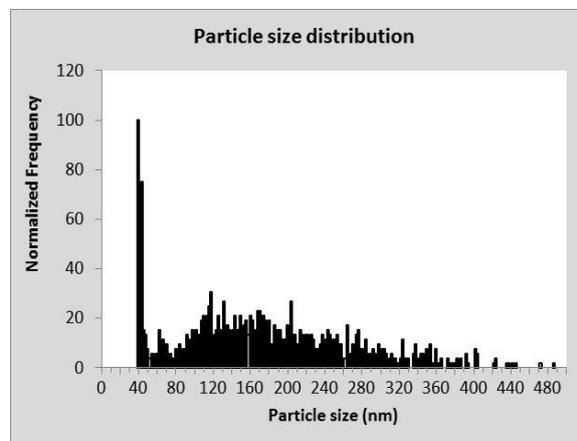


Рис. 4. Распределение частиц по размерам после использования ионообменной колонки.

Из полученных результатов видно, что исследуемые нанорошки очень полидисперсны, размер части лежит в диапазоне от 40 до 480 нм. Разработанную методику приготовления и исследования нанопорошков можно использовать для анализа методом SP ICP-MS, а также других типов дисперсионных анализов.

*Работы выполнены при поддержке гранта Президента РФ (приказ №595 от 28 мая 2014 года), частично поддержаны грантом № 15-03-06528 Российского фонда фундаментальных исследований.*

### **Список литературы:**

1. R.J.Aitken, M.Q.Chaudhry, A.B.A.Boxall, M.Hull. Manufacture and use of nanomaterials: current status in the UK and global trends // Occupational Medicine: Oxford Journals | Medicine & Health. – 2006. – V. 56. – P.300–306.
2. D.M. Mitrano, A. Barber, A. Bednar, P. Westerhoff, C.P. Higgins, J.F.Ranville, Silver nanoparticle characterization using single particle ICP-MS (SP-ICP-MS) and asymmetrical flow field flow fractionation ICP-MS (AF4-ICP-MS) // Journal of Analytical Atomic Spectrometry. – 2012. – V. 27. – P. 1131–1142.
3. D. Li, R.B. Kaner Shape and aggregation control of nanoparticles: not shaken, not stirred // Journal of the American Chemical Society. – 2006. – V. 128. – P.968–975.
4. S.K. Misraa, A. Dybowska, D. Berhanu, S.N. Luoma, E. Valsami-Jones. The complexity of nanoparticle dissolution and its importance in nanotoxicological studies // Science of The Total Environment. – 2012. – V. 438. – P. 225–232.
5. M. Hadioui, C. Peyrot, K.J. Wilkinson improvements to single particle ICPMS by the online coupling of ion exchange resins // Analytical Chemistry. – 2014 – V. 86. – P. 4668–4674.

## **ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ ТРЕНИЯ ПРИ ФРИКЦИОННОМ КОНТАКТЕ AL И FE**

*Н.М. Русин, к.т.н, с.н.с.,*

*А.Л. Скоренцев, технолог, инженер*

*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, 634021, г. Томск,  
просп. Академический, 2/4,*

*Томский политехнический университет, 634050, г. Томск, пр. Ленина,30,  
тел.(3822)-286-962*

E-mails: rusinnm@mail.ru; skoralexan@mail.ru

**Введение.** Алюминий является перспективным триботехническим материалом, поскольку обладает рядом полезных функциональных свойств. Однако номенклатура таких сплавов сильно ограничена [ГОСТ 14113-78] по причине склонности алюминия к схватыванию при сухом трении в паре со сталью. Как следствие, материал на участках схватывания вырывается из основы и переносится на сопряжённую поверхность, образуя там наросты. Большое их количество помимо ускоренного износа алюминиевого подшипника может привести к заеданию узла трения и поломке агрегата.

Однако согласно теории окислительного изнашивания [1], для любого склонного к окислению материала существует режим сухого трения с минимальной интенсивностью изнашивания, при котором скорость образования