

Характеристика полимерно-неорганических гибридных материалов методом динамического светорассеяния/адсорбции газа (Полимеризация)

Обзор

Ожидается, что частицы, закрепившие при полимеризации (органика или неорганический гибридный материал), будут проявлять как гибкость и малый вес органических материалов, так и термостойкость и долговечность неорганических материалов. Поэтому оценка их структуры очень важна. Здесь мы рассмотрим структурную оценку с помощью методов газовой адсорбции, динамического светорассеяния и потенциала потока для сформированной полимерной цепочки типа сердцевина-оболочка (PMMA-CeO₂) (как показано на рис. 1) путем фиксации полиметилметакрилата (PMMA) оксидом церия с целью лучшего контроля формы частиц и улучшения их дисперсности.

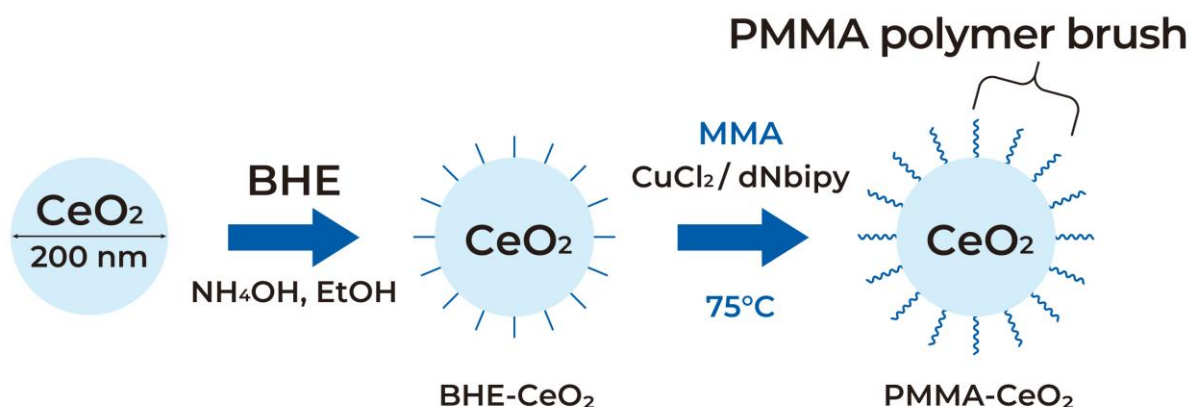


Рис. 1 Полимеризация PMMA на поверхности CeO₂

Измерение

Частицы CeO₂-PMMA были синтезированы методом радикальной полимеризации с переносом атомов (ATRP), начинающейся на поверхности после образования CeO₂-BHE путем фиксации инициатора полимеризации ((2-бромизобутирилокси) гексилтриэтоксисилан: BHE) на CeO₂ (средний размер частиц SEM: около 200 нм). Измерение изотермической адсорбции проводили с помощью системы измерения удельной площади поверхности/распределения пор BELSORP-miniX, оснащенной системой непрерывного измерения свободного пространства (N₂, 077K). Распределение частиц по размерам измеряли с помощью системы измерения распределения частиц по размерам NanoFlex, использующей метод динамического светорассеяния с внешним зондом типа (ДСР). Потенциал потока был измерен с помощью Sabino, способного оценивать дисперсность для широкого диапазона концентраций.

Результаты и обсуждение

На графике t-plot изотермы адсорбции частиц CeO₂ (рис. 2), виден гистерезис на адсорбированной/десорбированной ветви стороны высокого относительного давления, имеющей микроспоры, и может быть подтверждено наличие пространства между частицами. Дополнительно показано, что фиксация PMMA приводит к меньшему количеству взаимодействий между поверхностью и N₂ и к изменению формы изотермы с типа I+IV на тип III. Плотность прививки (σ : цепи/нм²) является одним из важных параметров состояния полимеризации. Он определяется как количество цепей молекул с высоким молекулярным весом относительно общей площади поверхности частиц. Общая площадь поверхности обычно рассчитывается исходя из массы по отношению к объему, включая неровности на частицах CeO₂, т.е. насыпную плотность и средний размер частиц РЭМ исследование. Рассчитанная таким образом плотность прививки составляет $\sigma=1,15$ г/нм². Если к нему приложить площадь поверхности, определенную с помощью анализа t-графика изотермы адсорбции, то получается значение 0,4 цепи/нм².

Поскольку общая площадь поверхности CeO_2 , определенная с помощью t-графика, составляет $133 \text{ м}^2/\text{г}$, площадь внешней поверхности составляет $15,5 \text{ м}^2/\text{г}$, средний размер микропор составляет $1,2 \text{ нм}$, а молекулярный размер ВНЕ составляет около 1 нм , вероятно, что PMMA в основном закрепляется на внешней поверхности.

Поэтому мы можем сказать, что σ имеет тенденцию быть завышенным, если оно определяется с использованием плотности частиц, и что использование площади внешней поверхности (соответствующей фиксированной поверхности) позволяет проводить более точное определение.

Если эти параметры оцениваются с помощью внешнего зонда типа ДСР (рис.3, таблица 1), размер частиц завышен после фиксации CeO_2 , ВНЕ и PMMA, и изменения в процессе синтеза могут быть легко оценены, что подтверждает его достоверность. Кроме того, из измерения потенциала потока суспензии после фиксации ВНЕ / PMMA может подтвердить сохранение дисперсности, аналогичное результатам визуального наблюдения (рис. 4).

Эти результаты позволяют нам сказать, что каждый из этих методов оценки применим при структурной оценке полимеризации, закрепленной на частицах.

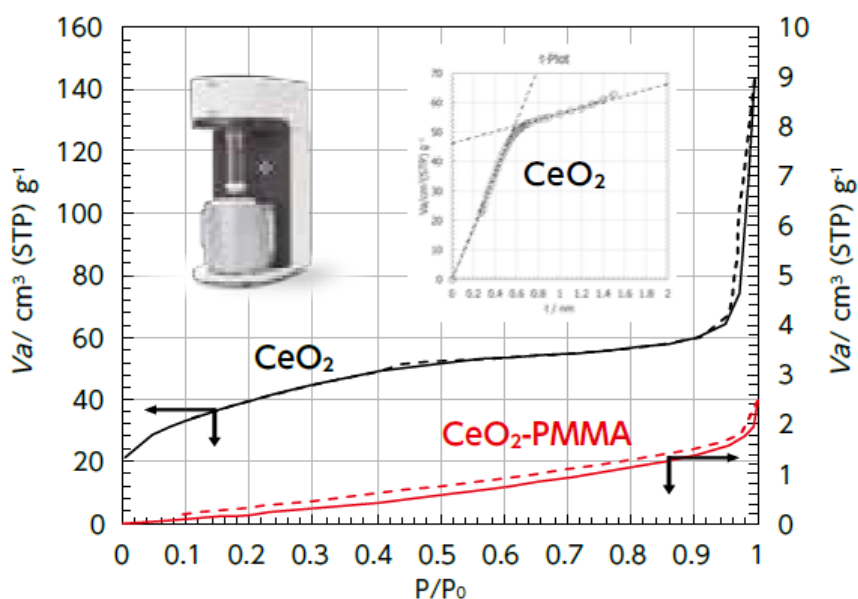


Рис. 2 Изотерма адсорбции/десорбции $\text{N}_2/77\text{K}$

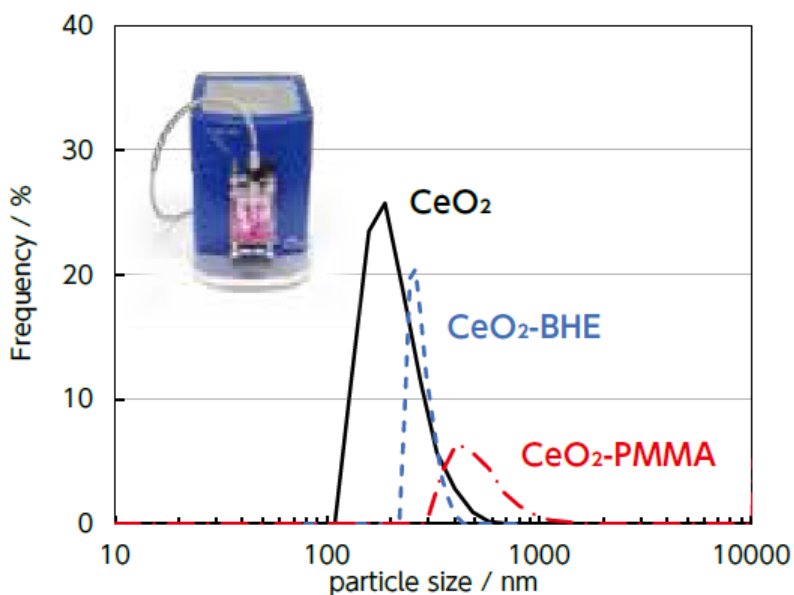


Рис. 3 Распределение частиц по размерам

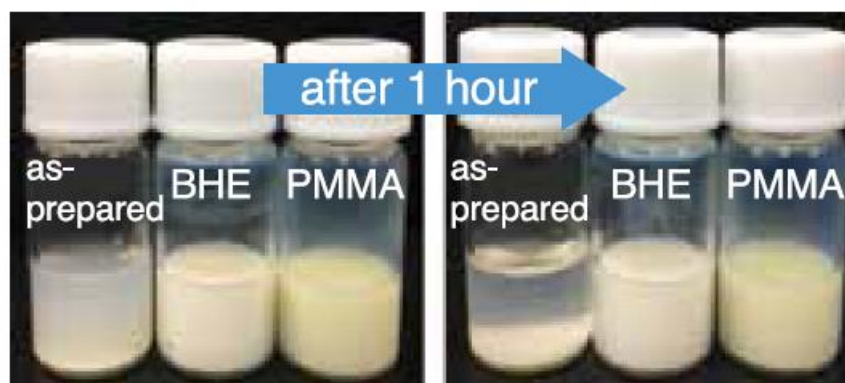


Рис. 3 Суспензия

Таблица 1 Физические свойства каждого образца

	D_{50} / nm	Streaming potential / mV
CeO_2	190	data not shown
-BHE	277	-8.5
-PMMA	411	-4.3

Ссылка: Полимерные препринты, Япония, Том 66, № 28 2Pc049 Nishibori et al.
 (Междисциплинарная Высшая школа инженерных наук, Университет Кюсю)

Для получения дополнительной информации, пожалуйста, свяжитесь с нами по адресу:

www.microtrac.com