

На правах рукописи

Цзан Сяовэй

**Разработка методов получения
наночастиц оксида цинка различных
размеров и форм для эпоксидных
композиционных материалов**

05.16.08 - Нанотехнологии и наноматериалы

(химия и химическая технология)

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание учёной степени

кандидата химических наук

Москва - 2015

Работа выполнена на кафедре наноматериалов и нанотехнологии
Российского химико-технологического университета имени Д.И. Менделеева

Научный руководитель: член-корреспондент РАН
доктор химических наук, профессор
Юртов Евгений Васильевич
заведующий кафедрой
наноматериалов и нанотехнологии
РХТУ им. Д. И. Менделеева

Официальные оппоненты: доктор химических наук, профессор
Спицын Борис Владимирович
главный научный сотрудник лаборатории
поверхностных явлений при
низкоэнергетических воздействиях
института физической химии и
электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН

доктор технических наук, профессор
Слепцов Владимир Владимирович
заведующий кафедрой радиоэлектроники,
телекоммуникаций и нанотехнологий
МАТИ им. К.Э. Циолковского

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Ордена Ленина и
Ордена Октябрьской Революции Институт
геохимии и аналитической химии им. В.И.
Вернадского Российской академии наук
(ГЕОХИ РАН)

Защита состоится «13» мая 2015 года в 10⁰⁰ на заседании диссертационного
совета Д 212.204.05 при РХТУ имени Д.И. Менделеева (125047, г. Москва,
Миусская пл., д. 9) в конференц-зале университета (ауд. 443).

С диссертацией можно ознакомиться в Информационно-библиотечном
центре РХТУ имени Д.И. Менделеева и на сайте <http://diss.muctr.ru>.

Автореферат диссертации разослан « ____ » _____ 2015 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.204.05

Яровая О.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Оксид цинка ZnO представляет большой интерес для применения во многих областях науки, техники и медицины в качестве функционального материала. Нано- и микрочастицы ZnO используются в пьезоэлектрических устройствах, дисплеях, солнечных батареях, газовых сенсорах, катализаторах и др. Учитывая перспективность применения нано- и микрочастиц оксида цинка значительный интерес представляет разработка простых и эффективных методов их получения для создания материалов с заданными свойствами.

На сегодняшний день существует большое количество методов получения нано- и микрочастиц оксида цинка, которые разделяют на твердофазные, газофазные и жидкофазные. Преимущества жидкофазных методов по сравнению с другими заключаются в относительной простоте их технической реализации, экономичности, возможности меньшего влияния на окружающую среду, а также относительной простоте получения нано- и микрочастиц заданного размера и морфологии в зависимости от типа и концентрации реагентов и условий процесса.

Наноматериалы на основе наночастиц ZnO обладают полезными оптическими, механическими, полупроводниковыми, ферроэлектрическими, пьезоэлектрическими и пирозлектрическими свойствами.

В последнее время внимание исследователей привлекают композиционные полимерные наноматериалы на основе эпоксидных смол, которые, благодаря своим широким возможностям, находят применение в различных областях науки и производства.

Целью работы являлось получение нано- и микрочастиц оксида цинка заданных размеров и формы (стержни, полые стержни, цветки) с помощью модифицированного метода осаждения из раствора.

Поставленная цель определила необходимость решения следующих задач:

- синтез нано- и микрочастиц ZnO в форме стержней методом осаждения, установление влияния основных параметров синтеза

(температуры, продолжительности синтеза, природы и концентрации исходных реагентов) на размер и форму образующихся частиц;

- синтез нано- и микрочастиц ZnO в форме цветков методом осаждения, установление основных закономерностей формирования частиц ZnO, а также влияния параметров синтеза (температуры, природы и концентрации исходных реагентов) на размер и форму частиц ZnO;

- получение образцов композиционных материалов на основе эпоксидной смолы, содержащей нано- и микрочастицы оксида цинка в форме стержней и цветков и исследование их механических характеристик, а именно прочности на разрыв и деформации при разрушении.

Научная новизна работы

Установлены параметры синтеза частиц оксида цинка в форме стержней и цветков методом осаждения (прекурсор ZnSO_4 , осадитель NaOH). Выявлено влияние порядка смешения компонентов на форму получаемых частиц ZnO.

Показано, что при добавлении раствора прекурсора в раствор осадителя при избыточной по сравнению со стехиометрией реакции концентрации осадителя NaOH в диапазоне 0,01 - 0,45М образуются частицы оксида цинка в форме цветков, в диапазоне избыточных концентраций 0,45 - 0,85М - частицы в форме стержней, а при избыточной концентрации более 0,85М - частицы не образуются. При добавлении раствора осадителя NaOH в раствор прекурсора ZnSO_4 образуются частицы стержнеобразной формы.

Установлены основные параметры синтеза полых стержней оксида цинка методом осаждения (прекурсор - $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, осадитель - гексаметиленetetрамин $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$ (ГМТА)) в одну стадию без последующего травления. Показано, что полые стержни оксида цинка образуются в интервале температур 75-85°C, при продолжительности синтеза - 3 часа, концентрации прекурсора 0,01М, мольном соотношении прекурсора к осадителю 1:1.

Показано, что частицы оксида цинка в форме стержней более эффективно, чем частицы в форме цветков повышают механические

характеристики эпоксидных композиционных материалов (прочность на разрыв и деформацию при разрушении).

Практическая значимость

Установленные параметры синтеза нано- и микрочастиц оксида цинка дают возможность получать частицы оксида цинка заданной формы и размера.

Нано- и микрочастицы оксида цинка в форме стержней могут быть применены в эпоксидных полимерных композициях для повышения их механических характеристик.

Показано, что образцы полимерных композиций на основе акриловой смолы с использованием нано- и микрочастиц оксида цинка в форме цветков обладают повышенными адгезионными характеристиками по отношению к алюминиевому сплаву АМгб.

Полученные результаты могут быть использованы для получения полимерных композиционных материалов с повышенными эксплуатационными характеристиками.

Личный вклад автора

На всех этапах работы автор принимал непосредственное участие в разработке и планировании исследования, выполнении экспериментов, анализе и интерпретации результатов и формулировании выводов.

Подготовка материалов для публикации проводилась совместно с научным руководителем.

Апробация работы

Основные результаты работы были доложены на VII и VIII Международном конгрессе молодых ученых по химии и химической технологии «УСChT-МКХТ» (Москва 2013, 2014); IV Всероссийской конференции по химической технологии (Москва, 2012); Научной сессии НИЯУ МИФИ-2014 (Москва, 2014); VIII Всероссийской конференции с международным участием молодых учёных по химии (Спб., 2014).

Публикации

Основные материалы диссертации опубликованы в 7 работах, в том числе 2 работы представлены в научных журналах из перечня ВАК.

Структура и объем диссертации

Диссертационная работа изложена на 154 страницах, включая 5 таблиц и 63 рисунка. Библиография насчитывает 292 наименования. Диссертация состоит из введения, литературного обзора, методической и экспериментальной части, выводов, списка используемой литературы.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность работы, сформулированы ее цель и задачи, научная новизна и практическая значимость полученных результатов.

В первой главе приводится литературный обзор, в котором рассмотрены основные способы получения высокодисперсных нано- и микрочастиц оксида цинка (сферы, стержни, цветки) различными химическими жидкофазными методами: осаждения, гидротермальным (сольвотермальным) и микроэмульсионным. Особое внимание уделено технологическим параметрам (температуре, значению pH, условиям проведения процесса и т.д.). Обсуждены преимущества и недостатки каждого из методов получения нано- и микрочастиц оксида цинка. Обосновываются достоинства модифицированного метода осаждения из раствора по сравнению с другими для получения нано- и микрочастиц оксида цинка заданных размеров и формы.

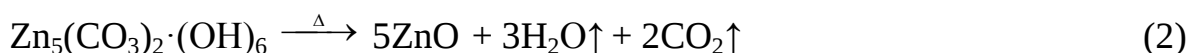
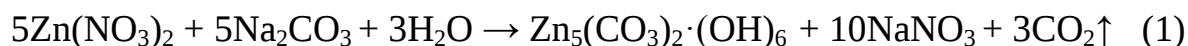
Во второй главе приводится описание реактивов для синтеза нано- и микрочастиц оксида цинка. Описаны методики синтеза нано- и микрочастиц оксида цинка заданных размеров и формы (сферы, стержни, полые стержни, цветки). Приведены методы исследования полученных частиц и образцов композиционных материалов с введенными нано- и микрочастицами и используемые для этих целей приборы.

Третья глава посвящена получению нано- и микрочастиц оксида цинка заданных размеров и формы (сферы, стержни, полые стержни, цветки) с помощью модифицированного метода осаждения из раствора.

Получение наночастиц оксида цинка сферической формы

Для использования в качестве объектов сравнения были синтезированы по известным методикам образцы наночастиц ZnO сферической формы.

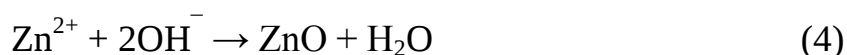
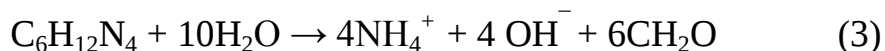
Метод осаждения проводили в водной среде при использовании раствора $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ в качестве прекурсора и раствора Na_2CO_3 в качестве осадителя. Результаты РФА показали, что образцы без обжига являлись однофазными частицами $\text{Zn}_5(\text{CO}_3)_2 \cdot (\text{OH})_6$. После прокаливании при температуре 300°C в течение 2 ч фазовый состав частиц менялся, и образовывались частицы ZnO . Ниже приводятся реакции процесса образования наночастиц ZnO сферической формы:



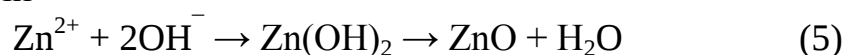
Наночастицы имели средний размер 20 ± 5 нм при узком распределении по размерам. Полученные наночастицы по форме, размеру и морфологии соответствуют литературным данным. Наночастицы сферической формы были использованы для получения образцов эпоксидных композиционных материалов и образцов композитов на основе сополимера акриловой смолы.

Получение нано- и микрочастиц оксида цинка в форме стержней

Нано- и микрочастицы оксида цинка стержнеобразной формы были получены методом осаждения (прекурсор - $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, осадитель - гексаметиленetetрамин $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$ (ГМТА)) при варьировании таких параметров, как температура, концентрация и молярное соотношение реагентов, продолжительность синтеза и тип прекурсора. При гидролизе ГМТА образуются NH_3 и гидроксил-ионы, которые реагируют с ионами цинка с образованием частиц оксида цинка. Ниже приводятся возможные реакции процесса образования нано- и микрочастиц оксида цинка стержнеобразной формы:



или



Влияние температуры синтеза. При исследовании влияния температуры синтеза на размер и форму частиц ZnO было установлено, что с увеличением температуры проведения процесса от 65°C до 95°C средний диаметр частиц увеличивается от 110 до 210 нм, средняя длина возрастает от

0,8 до 2,5 мкм, увеличивается и соотношение длины к диаметру L/d (рис. 1). Это можно объяснить тем, что при образовании кристаллов протекают два последовательных процесса: нуклеации и роста. При низких температурах скорость образования гидроксил ионов при реакции ГМТА с водой низкая, соответственно концентрация гидроксил ионов (OH^-) для последующих процессов нуклеации и роста стержней ZnO является невысокой. Дальнейшее увеличение температуры способствует повышению концентрации гидроксил ионов в растворе, ускоряя процесс нуклеации и роста частиц.

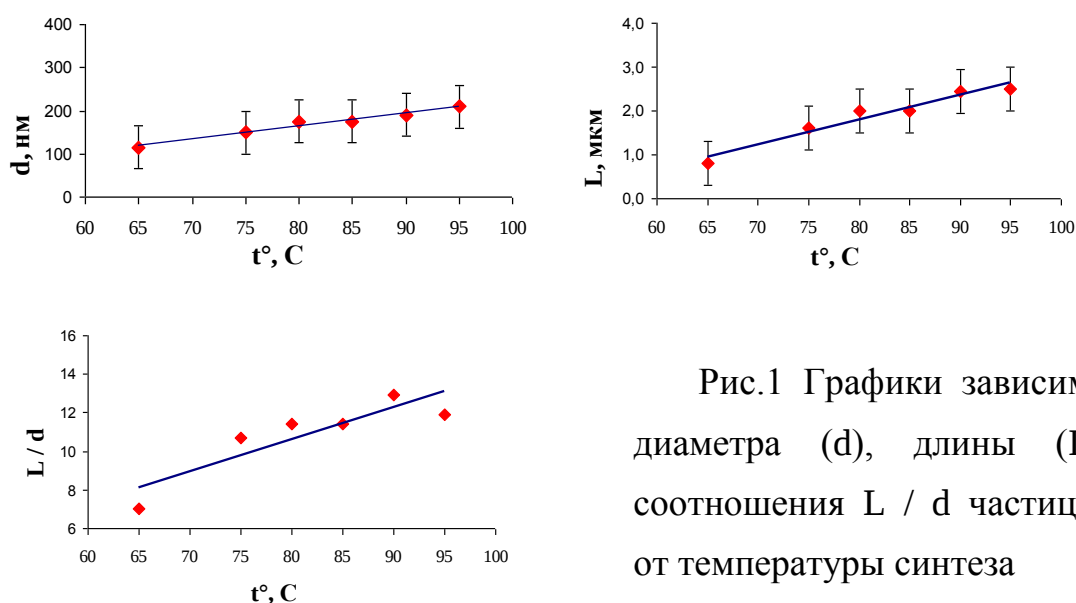


Рис.1 Графики зависимости диаметра (d), длины (L) и соотношения L/d частиц ZnO от температуры синтеза

Установлено, что в интервале температур 65 - 75°C образуются плохо сформированные стержнеобразные частицы с невысоким выходом, в интервале температур 75 - 85°C образуются полые стержни ZnO , при температуре выше 85°C образуются сплошные стержни ZnO .

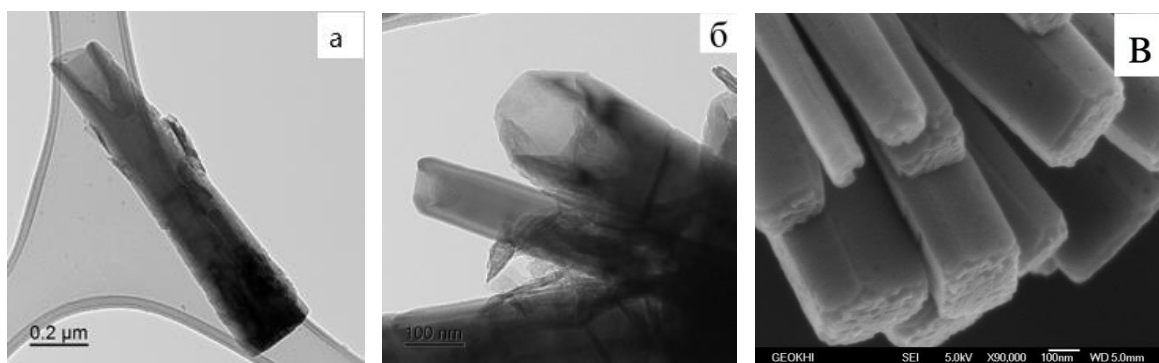


Рис. 2 Изображения частиц ZnO , полученных при температуре 80°C (а, б) и температуре 95°C (в)

Влияние продолжительности синтеза. Результаты показали, что изменение продолжительности синтеза от 3 до 24 часов оказывает влияние на структуру частиц в форме стержней (рис. 3). При времени синтеза до 6 часов образуются стержни, один конец которых является полым, а свыше 6 часов преимущественно образуются сплошные стержни. Средний размер частиц ZnO составляет 190 ± 60 нм в диаметре и $2,5 \pm 0,6$ мкм в длине. При 24-часовом синтезе частиц образуются агломераты стержней.

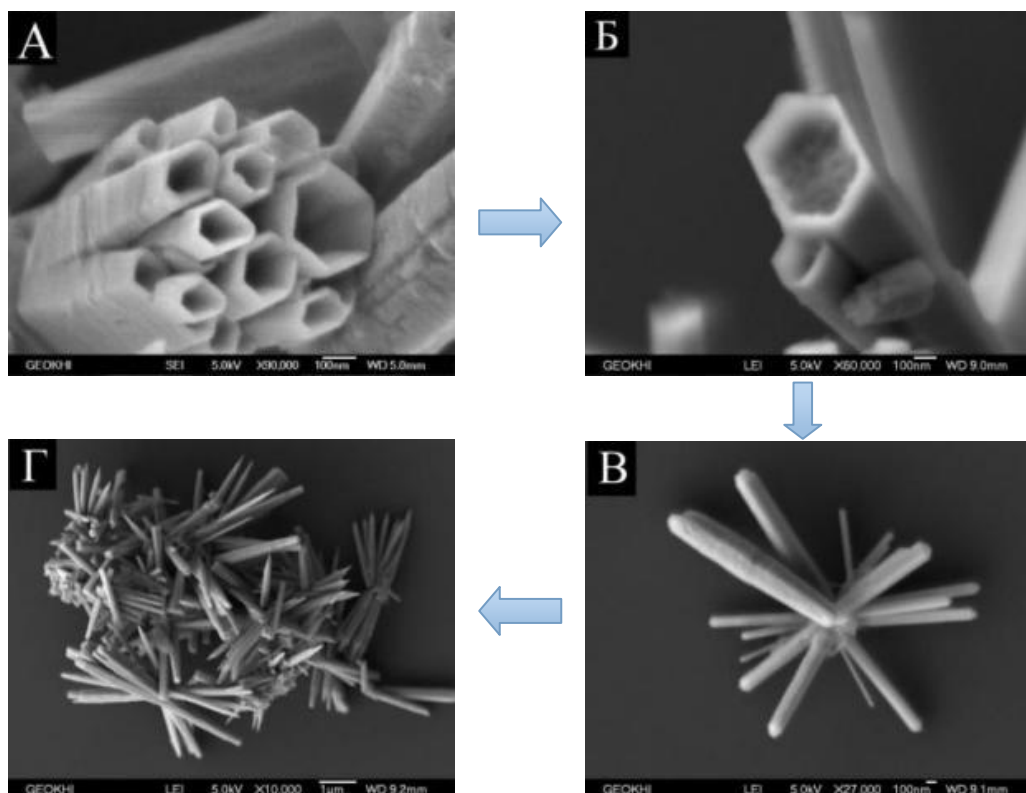


Рис. 3 СЭМ-изображения частиц ZnO, приготовленных при температуре 80°C при изменении продолжительности синтеза: а) 3 часа; б) 6 часов; в) 12 часов; г) 24 часа

Влияние концентрации прекурсора. При исследовании влияния концентрации прекурсора на размер и форму частиц оксида цинка установлено, что при низкой концентрации 0,01M $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ были получены частицы в форме стержней, а при увеличении концентрации $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ до 0,045M образуются частицы, как в форме стержней, так и в форме игл, и частицы произвольной формы.

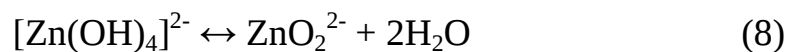
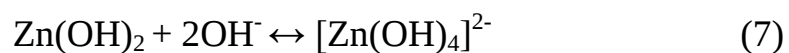
Влияние соотношения исходных реагентов. Для исследования влияния соотношения исходных реагентов на размер частиц ZnO были приготовлены водные растворы $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ и ГМТА в различных соотношениях $\text{Zn}^{2+}/\text{ГМТА}$ -

1:1, 1:2, 1:3, 2:1. Эксперименты проводились в интервале температур 80°-90°C. Установлено, что соотношение Zn^{2+} / ГМТА 1:1 является наилучшим во всем интервале температур для получения частиц ZnO со средним диаметром 180-190 нм.

Влияние типа прекурсора. Для исследования влияния типа прекурсора на формирование частиц ZnO были использованы $Zn(NO_3)_2$, $ZnCl_2$ и $ZnSO_4$. В качестве осадителя использовали ГМТА. Процесс осаждения проводили при температуре 85°C в течение 3-х часов и концентрации прекурсора 0,01М. Было отмечено, что при использовании сульфата цинка образуются пластины аморфной структуры, а при использовании хлорида и нитрата цинка - стержни ZnO. Было показано, что средняя длина стержней в обоих случаях составляет $2 \pm 0,5$ мкм; средний диаметр при использовании $ZnCl_2$ в качестве прекурсора составляет 160 ± 40 нм, а при использовании $Zn(NO_3)_2$ в качестве прекурсора - 180 ± 60 нм. Таким образом, для получения стержней ZnO можно использовать $ZnCl_2$ и $Zn(NO_3)_2$, однако для технологических и препаративных целей использование $Zn(NO_3)_2$ предпочтительно с экономической точки зрения.

Получение частиц оксида цинка в форме цветков

Для получения нано- и микрочастицы ZnO в форме цветков были использованы $ZnSO_4$ в качестве прекурсора и NaOH в качестве осадителя. Ниже приведены возможные реакции процесса образования нано- и микрочастиц оксида цинка:



Для получения цветков необходимо образование в растворе большого числа зародышей. Поэтому исследования проводились в щелочной среде при избыточных по сравнению со стехиометрией концентрациях осадителя (рН 12-13, концентрация прекурсора $ZnSO_4$ - 0,2 М). При этом избыточная концентрация осадителя определяет форму образующихся частиц.

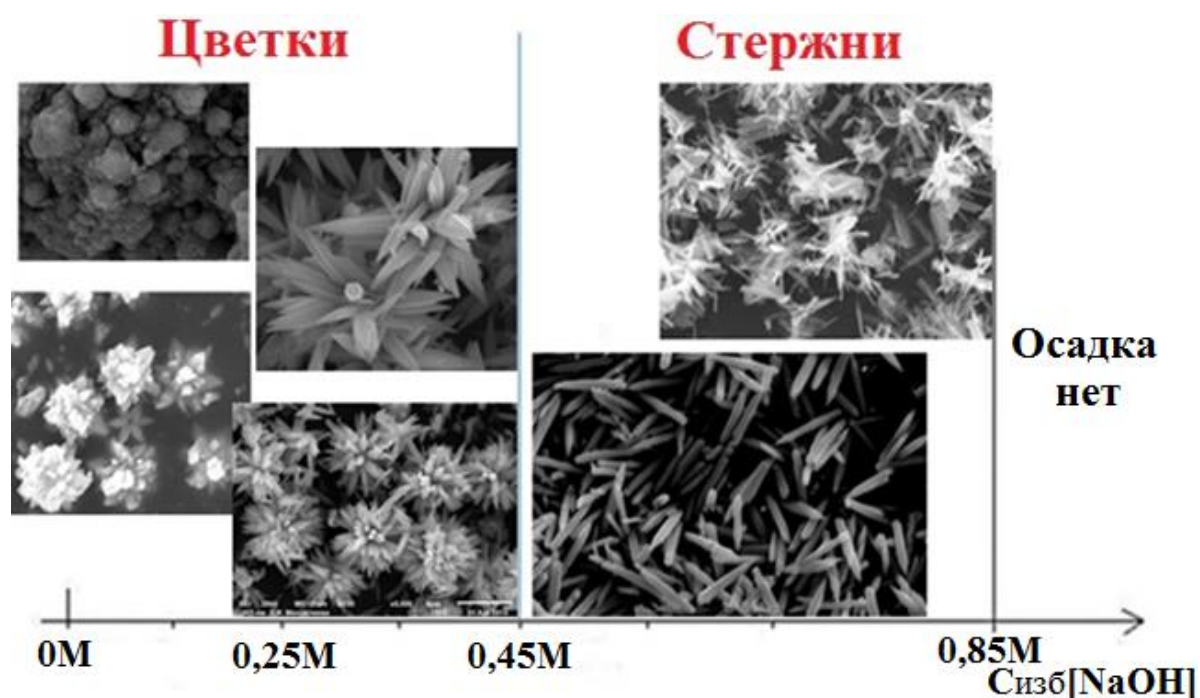


Рис. 4 Диаграмма влияния избыточной концентрации NaOH на частицы ZnO

Влияние концентрации NaOH. На рис. 4 показано, что концентрация NaOH влияет на форму полученных частиц ZnO. При избыточной по сравнению со стехиометрией реакции концентрации NaOH в интервале 0,01 - 0,45M образуются частицы ZnO в форме цветков, в интервале избыточных концентраций 0,45 - 0,85M - частицы ZnO в форме стержней, а при избыточной концентрации более 0,85M - выпадения осадка не происходит даже в течение длительного времени, и раствор остается прозрачным.

Влияние температуры смешения реагентов. При изучении процесса получения частиц ZnO внимание исследователей было направлено на исследование влияния температуры на весь процесс, т.е. стадии зародышеобразования (нуклеации) и дальнейшего роста частиц проводили при одной и той же температуре. В данной работе было предложено проводить стадии смешения реагентов (нуклеации) и дальнейшего роста частиц при разных температурах. Из предварительных экспериментов и литературных данных лучшей температурой для всего процесса и, следовательно, для стадии роста частиц была температура 60°C. В наших экспериментах эта температура поддерживалась на стадии роста частиц в течение 2 часов. При этом температуру смешения реагентов (стадия нуклеации) варьировали в интервале 20°- 60°C. Было установлено, что при

20°C образуются структуры цветочной формы с диаметром цветков $6,1 \pm 1,1$ мкм (диаметр стержня в «цветке» 570 ± 180 нм). При температуре 40°C - структуры цветочной формы с диаметром цветков $6,8 \pm 0,8$ мкм (диаметр стержня в «цветке» 570 ± 90 нм), а при температуре 60°C - агрегаты произвольной формы (рис.5). Таким образом, для получения частиц ZnO в виде цветков целесообразно проводить стадии нуклеации и роста частиц при разных температурах, стадию нуклеации при 20°- 40°C, а дальнейший рост частиц при 60°C.

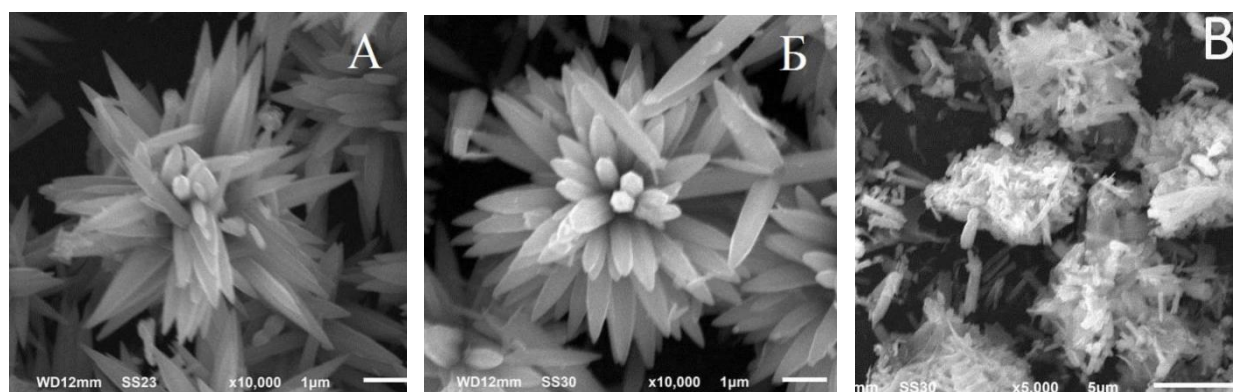


Рис.5 СЭМ-изображения наноструктур ZnO, полученных при различной температуре на стадии нуклеации: а) 20°C, б) 40°C, в) 60°C

Влияние типа прекурсора. При исследовании влияния типа прекурсора на размер и форму образующихся частиц были использованы в качестве прекурсоров ZnCl_2 , ZnSO_4 , $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ (рис. 6). Было отмечено, что при использовании $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ образуются как агрегаты цветков неправильной формы, так и частицы в форме стержней, а при использовании прекурсоров ZnSO_4 и ZnCl_2 образуются частицы в форме цветков, но с разным количеством стержней в нем. Можно сделать вывод, что в качестве прекурсоров лучше использовать ZnCl_2 и ZnSO_4 , однако сульфат цинка стоит дешевле по сравнению с хлоридом цинка.

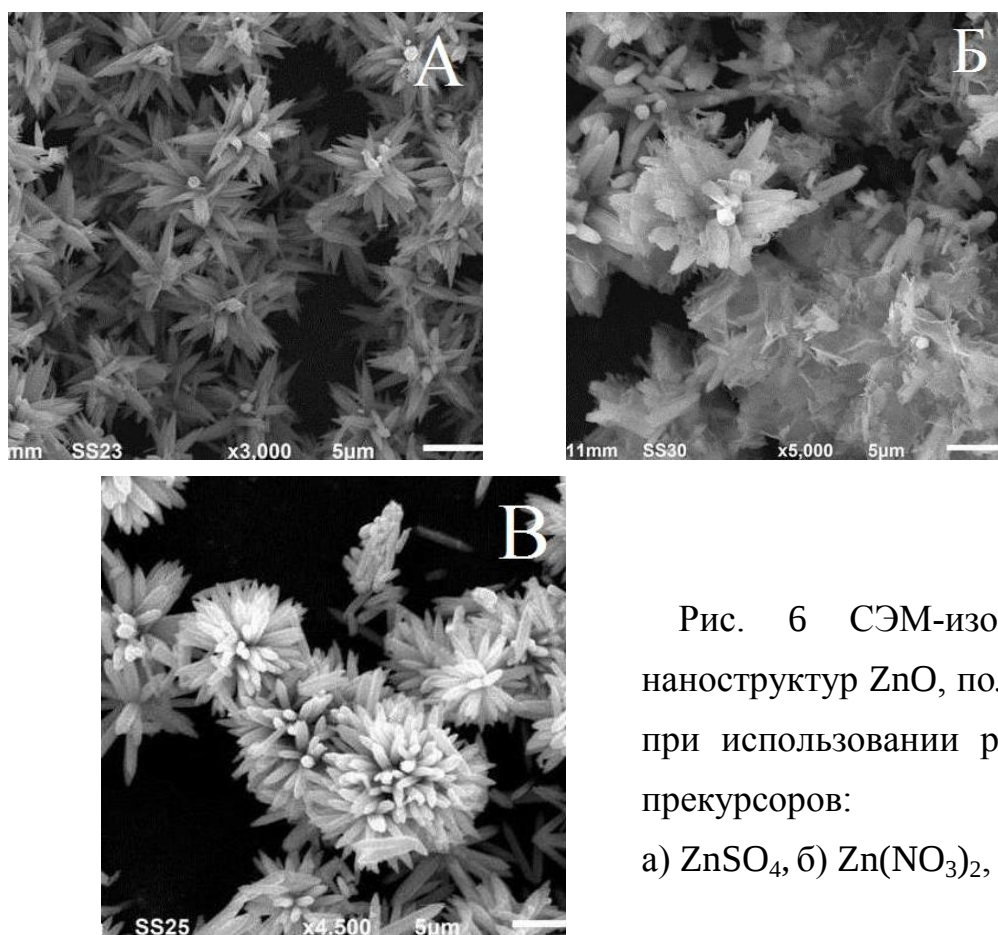


Рис. 6 СЭМ-изображения наноструктур ZnO, полученных при использовании различных прекурсоров:
а) ZnSO_4 , б) $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, в) ZnCl_2

Влияние порядка смешения растворов реагентов. Было установлено, что для условий, используемых в данной работе, порядок смешения растворов реагентов влияет на форму получаемых частиц оксида цинка. Добавление раствора осадителя в раствор прекурсора способствует образованию частиц ZnO в виде стержней, а при добавлении раствора прекурсора в щелочной раствор осадителя образуются частицы ZnO в форме цветков (рис. 7). Это может быть объяснено тем, что для синтеза цветков ZnO требуется предварительное формирование большего числа зародышей. Этому способствуют более высокие концентрации гидроксил ионов в растворе в случае добавления раствора прекурсора в щелочной раствор осадителя.

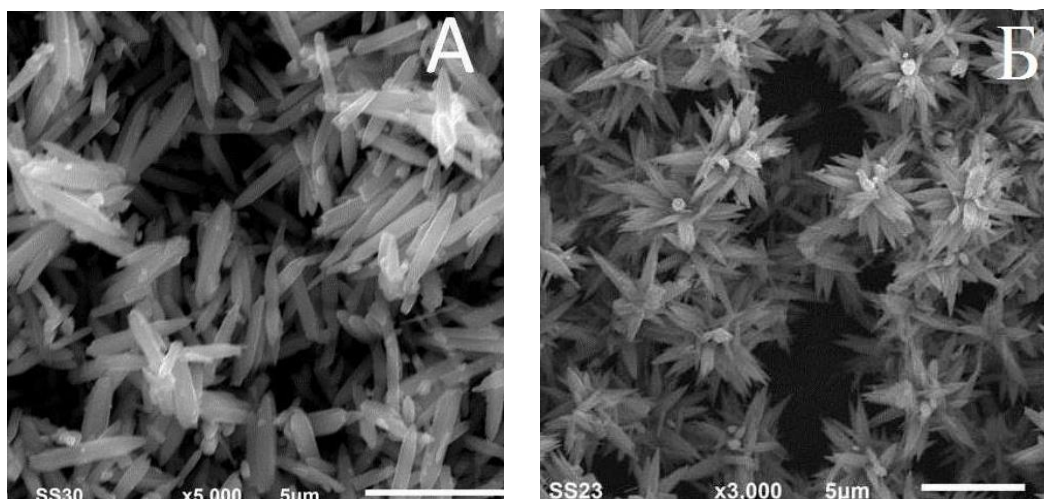


Рис.7 СЭМ-изображения порошка ZnO, полученного при изменении порядка смешения ($C_{\text{изб}}[\text{NaOH}]=0.4 \text{ M}$): а) NaOH в ZnSO_4 ; б) ZnSO_4 в NaOH

Результаты РФА показали, что при всех условиях синтеза nano- и микрочастиц ZnO, использованных в данной работе, были получены частицы ZnO со структурой вюрцита.

Получение и испытание образцов эпоксидных композиционных материалов, содержащих частицы оксида цинка различной формы

Для выявления влияния добавок nano- и микрочастиц ZnO различной формы на свойства эпоксипуретанового компаунда были получены образцы композитов состава ЭТАЛ-148ТГ*-2-1 с добавлением частиц ZnO в виде стержней и цветков и определены механические характеристики отверждённых компаундов. Определение механических характеристик проводилось в ФГУП ФЦДТ «Союз», г. Дзержинск (нач. отдела, к.х.н. О.И. Сидоров). Результаты представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1

Механические характеристики отверждённых компаундов
ЭТАЛ-148ТГ-2-1 с содержанием частиц ZnO в форме стержней

Состав компаунда ЭТАЛ-148ТГ-2-1	Температура, °С	Характеристика		
		σ , МПа	ϵ , %	E, МПа
Штатный состав ¹ без наполнителя и без б.к.**	23	17,8	121	238
	50	1,04	51,3	2,45
Штатный состав без наполнителя и без б.к.** + наностержни ZnO 0,5% масс.	23	15,1	118	202
	50	1,23	89,2	2,40

Штатный состав	23	7,55	93	303
	50	1,61	51,3	4,24
Штатный состав + нано- стержни ZnO 1% масс.	23	11,0	85,5	331
	50	1,78	53,5	4,43

Таблица 2

Механические характеристики отверждённых компаундов
ЭТАЛ-148ТГ-2-1 с содержанием частиц ZnO в форме цветков

Состав компаунда ЭТАЛ-148ТГ-2-1	Характеристика		
	σ , МПа	ϵ , %	E, МПа
Штатный состав ¹ без наполнителя и без б.к.	0,628	53,5	1,41
Штатный состав без наполнителя и без б.к. + цветки ZnO 0,5% масс.	0,721	60,2	1,55
Штатный состав	1,26	46,8	3,32
Штатный состав + цветки ZnO 2% масс.	1,63	60,2	3,48

Штатный состав¹ - эпоксиуретановый олигомер, отвержденный ароматическим аминным отвердителем и содержащий минеральный наполнитель (полифосфат аммония и диоксид кремния)

*ТГ - трудно сгораемый

**б.к. - бензойная кислота, ускоритель отверждения данного эпоксиуретанового состава

Было показано, что введение частиц ZnO в форме стержней (0,5 мас. %) в эпоксиуретановый компаунд ЭТАЛ-148ТГ-2-1 повышает прочность на разрыв полученного композита на 18% и деформацию при разрушении на 74%. Введение структур ZnO в форме цветков в количестве 0,5 мас. % в композит повышает прочность на разрыв на 14,8% и деформацию при разрушении на 12,5%, а введение частиц ZnO в форме цветков в количестве 2 мас. % повышает прочность на разрыв и деформацию при разрушении на 29,4% и 28,6% соответственно, не изменяя технологические режимы переработки композиции. Погрешность определения механических свойств полимеров и композитов составила $\pm 10\%$ от измеряемой величины.

Исследование адгезии образцов композитов на основе сополимера акриловой смолы, содержащих частицы оксида цинка различной формы к алюминиевому сплаву

Для оценки влияния добавок нано- и микрочастиц ZnO различной формы на предел прочности на отрыв (адгезию) композитов на основе сополимера акриловой смолы (АС) к алюминиевому сплаву АМг6 были получены образцы композитов с частицами ZnO в форме стержней и цветков, а также сферической формы. Испытания образцов композитов проводились в ОАО «Композит» (г. Королев) Страполовой В.Н.

Таблица 3

Предел прочности на отрыв сополимера акриловой смолы
с различными добавками

№ образца	Добавки к сополимеру акриловой смолы	Предел прочности на отрыв (адгезия), Мпа
1	Без добавок	$6,2 \pm 0,6$
2	Частицы ZnO в форме цветков	$8,5 \pm 0,9$
3	Частицы ZnO в форме стержней	$7,8 \pm 0,8$
4	Частицы ZnO сферической формы	$6,8 \pm 0,7$

Как видно из таблицы 3, введение наночастиц ZnO сферической формы (0,2 мас. %) в сополимер АС повышает адгезию композита к алюминиевому сплаву АМг6 на 9,6%. Введение частиц ZnO в форме стержней (0,2 мас. %) повышает адгезию на 25,5%, а введение частиц ZnO в форме цветков (0,2 мас. %) повышает адгезию на 37,5%.

Выводы

1. Установлено, что при получении нано- и микрочастиц ZnO в форме стержней методом осаждения (прекурсор $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, осадитель ГМТА) с увеличением температуры синтеза от 65°C до 95°C их средний диаметр увеличивается от 100 ± 50 до 210 ± 90 нм, средняя длина частиц при этом возрастает от $0,8 \pm 0,3$ до $2,5 \pm 0,6$ мкм.

Показано, что в интервале температур 65 - 75°C образуются плохо сформированные стержнеобразные частицы с невысоким выходом, в диапазоне температур 75 - 85°C образуются полые стержни ZnO, при температуре выше 85°C образуются сплошные стержни ZnO.

2. Определены параметры синтеза частиц ZnO в форме стержней и цветков методом осаждения (прекурсор ZnSO_4 , осадитель NaOH).

Установлено, что порядок смешения компонентов влияет на форму образующихся частиц:

- при добавлении раствора прекурсора в раствор осадителя избыточная по сравнению со стехиометрией реакции концентрация NaOH в растворе оказывает влияние на форму частиц ZnO. При избыточной концентрации NaOH в интервале 0,01 - 0,45М образуются частицы ZnO в форме цветков размером от $2,7 \pm 0,8$ мкм до $6,1 \pm 1,0$ мкм, в интервале избыточных концентраций 0,45 - 0,85М - частицы ZnO в форме стержней диаметром от 90 ± 30 нм до 400 ± 80 нм, а при избыточной концентрации более 0,85М - частицы не образуются;

- при добавлении раствора осадителя в раствор прекурсора образовывались частицы в форме стержней;

3. По результатам РФА установлено, что ZnO в форме стержней и в форме цветков соответствуют фазе ZnO со структурой гексагонального вюрцита.

4. Получены образцы композиционных материалов на основе эпоксидной смолы, содержащей частицы оксида цинка в форме стержней и цветков. Показано, что частицы оксида цинка в форме стержней более эффективно, чем частицы в форме цветков повышают механические характеристики эпоксидных композиционных материалов. Введение частиц ZnO в форме стержней (0,5 мас. %) диаметром 210 ± 90 нм и длиной $2,5 \pm 0,6$ мкм в эпоксиуретановый компаунд ЭТАЛ-148ТГ-2-1 повышает прочность композиции на разрыв на 18% и деформацию при разрушении на 74%.

5. Получены образцы композиционных материалов на основе акриловой смолы, содержащей частицы оксида цинка различных форм, и исследованы их адгезионные характеристики. Введение наночастиц ZnO

сферической формы (0,2 мас. %) в сополимер АС повышает адгезию композита к алюминиевому сплаву АМг6 на 9,6%. Введение частиц ZnO в форме стержней (0,2 мас. %) повышает адгезию на 25,5%, а введение частиц ZnO в форме цветков (0,2 мас. %) повышает адгезию на 37,5%.

Основное содержание диссертации изложено в публикациях:

1. Цзан Сяовэй, Авдеева А.В., Мурадова А.Г., Юртов Е.В. Получение наностержней оксида цинка химическими жидкофазными методами // Химическая технология, 2014. Т.15. вып.12. С. 715-722.
2. Авдеева А.В., Цзан Сяовэй, Мурадова А.Г., Юртов Е.В. Получение наночастиц оксида цинка стержнеобразной формы методом осаждения // Химическая технология, 2014. Т.15. вып.12. С. 723-728.
3. Цзан Сяовэй, Авдеева А.В., Мурадова А.Г., Юртов Е.В. Влияние температуры и концентрации на размер и морфологию наностержней ZnO // Успехи в химии и химической технологии, 2014. Т.28. №6 (155). С. 73-75.
4. Цзан Сяовэй, Авдеева А.В., Мурадова А.Г., Юртов Е.В. Синтез наностержней оксида цинка // Менделеев-2014. Химическое материаловедение. Новые аналитические методы в химии: Тез. докл. VIII Всероссийская конференция с международным участием молодых учёных по химии. СПб., 2014. С. 241-242.
5. Цзан Сяовэй, Мурадова А.Г., Юртов Е.В. Синтез наностержней Оксида цинка // Аннотация докладов. Научная сессия НИЯУ МИФИ-2014. М., 2014. Т.1. С. 231.
6. Цзан Сяовэй, Юртов Е.В. Влияние температуры на морфологию наностержней ZnO // Сборник научных трудов. Успехи в химии и химической технологии. М., 2013. Т.27. №.6. С. 119-121.
7. Цзан Сяовэй, Мурадова А.Г., Юртов Е.В. Получение наноструктурированных пленок ZnO // Сборник научных трудов. Международной конференции по химической технологии ХТ'12. М., 2012. Т.2. С. 156-157.