

LATVIJAS UNIVERSITĀTE
ĶĪMIJAS FAKULTĀTE

**ZrO₂ NANODAĻIŅU ZETA POTENCIĀLS UN IZMĒRU
SADALĪJUMS DAŽĀDAS KONCENTRĀCIJAS H₃PO₄ UN
ZrO₂ ŪDENS ŠĶĪDUMOS**

MAĢISTRA DARBS

Autors: **Aleksandrs Novikovs**

Studenta apliecības Nr.: an11100

Darba vadītājs: Dr. habil. phys. G. Vaivars

RĪGA
2020

ANOTĀCIJA

ZrO₂ nanodaļiņu zeta potenciāls un izmēru sadalījums dažādas koncentrācijas h₃po₄ un zro₂ ūdens šķīdumos. Novikovs A., zinātniskais vadītājs Dr. habil. phys. G. Vaivars, Maģistra darbs, 152 lappuses, 73 attēli, 58 tabulas, 67 literatūras avoti. Latviešu valodā.

Šajā darbā tika pagatavoti vairāki ZrO₂ un H₃PO₄, ZrO₂ un SPEEK polimēra šķīdumi un raksturoti ar dinamiskās un elektroforētiskās gaismas izkliedes metodēm. Tika apskatīta literatūra par DLS un ELS darbības principiem, iegūstamo lielumu dabu un faktoriem, kuri ietekmē uz elektriski stabilizētas dispersijas viendabīguma saglabāšanos laikā un citām plaši lietojamām metodēm ZrO₂ ūdens dispersiju raksturošanai.

CIRKONIJA OKSĪDS, DISPERSIJA, ELS, DLS, SPEEK, FOSFĀTS.

ABSTRACT

Zeta-potential and Particle Size Distribution of ZrO₂ Nanoparticles in Various Concentration Aquous H₃PO₄ and ZrO₂ Solutions. Novikovs A., supervisor Dr. habil.phys G. Vaivars, master thesis, 152 pages, 73 figures, 58 tables, 67 literature references. In Latvian.

In this thesis ZrO₂ aquous dispersions were analyzed using the ectrophoretic light scattering and the dymamic light scattering methods. It gives an overview of literature about the working princeples of the DLS and the ELS, about the nature of the aquired quantities and factors which influence the preservation of homogenity of an electrostaticaly satbilized dispersion in time as well as about other methods frequently used to characterise ZrO₂ dispersions in water.

ZIRCONIUM OXIDE, DISPERSION, ELS, DLS, SPEEK, PHOSPHATE.

SATURS

ANOTĀCIJA.....	2
ABSTRACT.....	3
APZĪMĒJUMU SARAKSTS.....	6
Ievads.....	11
1. LITERATŪRAS APSKATS.....	14
1.1. Potenciāls un spēks.....	14
1.2. Dispersiju stabilitāte.....	16
1.3. Daļiņu izmēru, iegūto ar dažādām metodēm salīdzināšana.....	17
1.4. Gaismas izkliedes likumi.....	22
1.5. Dispersiju stabilitāte.....	25
1.6. Faktori kas ietekmē uz dispersiju agregatīvo stabilitāti.....	27
1.7. Zeta potenciāls un tā saistība ar agregatīvo stabilitāti.....	33
1.8. ZrO ₂ īpašības.....	36
1.9. Hidrodinamiskā diametru un zeta potenciāla noteikšanas pamatprincipi.....	42
1.10. DLS un ELS iekartu uzbūve.....	47
1.11. Citi ZrO ₂ suspensiju raksturošanas paņēmieni.....	48
2. EKSPERIMENTĀLA DAĻA.....	51
2.1. Šķīdumu, kuri tika izmantoti analizējamo paraugu iegūšanai, pagatavošana.....	51
2.2. 5CeF mērījumu sērija.....	52
2.3. Dzesēšanas procedūra.....	53
2.4. POL sērijām paraugu nepieciešamo šķīdumu pagatavošana.....	55
2.5. 3CePOL sēriju paraugu pagatavošana.....	56
2.6. 0CePOL sēriju paraugu pagatavošana.....	57
2.7. Zeta potenciāla un daļiņu izmēru noteikšana ar Litesizer iekārtu.....	57
2.8. SPEEK polimēra pagatavošana.....	59
2.9. M5Ce1A membrānu pagatavošana.....	60
2.10. pH atkarības no fosforskābes koncentrācijas radītāja noteikšana.....	62
2.11. Paraugu nosaukumu izveides principi.....	62

3. REZULTĀTI UN TO IZVĒRTĒJUMS.....	64
3.1. 5Ce1F1SER, 5Ce1F2SER un 3Ce1F2SER mēriju sēriju rezultāti.....	64
3.2. iCe5F sērijas mērījumu rezultāti.....	73
3.3. 5Ce1FDZ un 5Ce1FDZV mērījumu sēriju rezultāti.....	80
3.4. 2Ce5FTAUF70T, 5Ce5FTAUF70T, 5Ce5TAUF70T mērījumu sēriju rezultāti.....	87
3.5. 5Ce1F5xiSON, 3Ce1F10xiSON, 3Ce5F10xiSON, 1Ce5F10xiSON un 5Ce5F5xiSON mērījumu sēriju rezultāti.....	91
3.6. 5C0F2xiSON, 3Ce5F2xiSON, 5Ce5F2xiSON mērījumu sēriju rezultāti.....	95
3.7. 3Ce1POL un 0Ce1POL mērījumu sēriju rezultāti.....	101
3.8. SEM attēli.....	109
3.9. Linearizēti grafiki.....	110
3.10. Galvenie rezultāti.....	116
4. SECINĀJUMI.....	118
PATEICĪBAS.....	119
5. LITERATŪRAS SARAKSTS.....	120
6. PIELIKUMI.....	125

APZĪMĒJUMU SARAKSTS

Apzīmējumu literatūras apskata.

Delopax CE64 – tāds dispersants.

BET–Brunauer–Emmett–Teller (BET) theory, metode, ar kuru pēc gāzes adsorbcijas noteic daļiņu virsmu.

CCC–critical coagulation concentration, kritiskā koagulācijas koncentrācija.

DLS– dynamic light scattering, dinamiskā gaismas izkliede.

DSC– Differential scanning calorimetry, diferenciālā skenējoša kolorimetrija.

ELS–electroforetic light scattering, elektroforetiska gaismas izkliede.

ESA– electrosonic amplitude tehniqe, elektrosoniska amplitūdes metode

FTIR– Fourier Transform Infrared spektroskopija, Furjē parveidojumu infrasarkanā spektroskopija.

HR-TEM– high resolution Transmission electron microscopy, augstas izšķirtspējas caurstarošanas mikroskops.

IEP– isoelectric point, izoelektriskais punkts.

P31 MAS NMR– P31 Magic Angle Spinning Nuclear magnetic resonance.

PdI– polydispersity index, polidispersitātes indekss

PEEK–poly ether ether ketone, poli ēter ēter ketons.

PEG-8000– Polyethylene glycol 8000, polietilēnglikols 8000.

PZC– point of zero charge, nulles ladiņa punkts.

SAXS– Small-angle X-ray scattering, mazo leņķu rentgenstaru izkliede.

SDS– sodium dodecyl sulphate, nātrija dodecilsulfāts.

SEM– scanning electron microscope.

SLS– static light scattering, statiska gaismas izkliede.

SPEEK– sulphonated poly ether ether ketone, sulfonēts poli ēter, ēter ketons.

TEM– Transmission electron microscopy, caurstarošanas elektronmikroskops.

TGA–thermogravimetric analysis, termogravimetriska analīze.

XPS – X-ray Photoelectron spectroscopy.

XRD– x-ray diffraction.

Katram analizējamām paraugam, starpšķīdumam un mērījuma rezultātam ir savs šifrs. Katrā šifra bursts "i" nozīmē mainīgo, piemēram, 5Ce5F2xiSON apzīmē 5Ce5F2x1SON, 5Ce5F2x2SON vai 5Ce5F3xiSON.

Starpšķīdumu nosaukumi.

0C20POL– starpšķīdums, kur SPEEK masas koncentrācija ir 20 g/L.

0C2POL– starpšķīdums, kur SPEEK masas koncentrācija ir 2 g/L.

0CeIF– starpšķīdums, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-1} M.

0CeIPOL– starpšķīdums, kur SPEEK masas koncentrācija ir 10^{-1} g/L.

5C0F1A– starpšķīdums, kuru ieguva savienojot 1 mL 5% ZrO₂ suspensijas un 10 mL ūdens.

5CeIF-c– starpšķīdums, kurā ir 10^{-2} M H₃PO₄ un kura tilpums ir 1 mL.

5CeIF-f– starpšķīdums, kurā tika pievienots 0,08·i mL 5C0F1A šķīduma un atšķaidīts līdz 1 mL.

Analizējamo paraugu vai merijumu seriju nosaukumi.

3Ce5F2x10+10xiSON– Šķīdumu sērija, kur ZrO₂ koncentrācija 109 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Sonifikācijas laiku palielināja ar 2 min intervālu 10 reizes, pēc tam ar 10 min intervālu 7 reizes, pēc tam sonificēja 60 min.

3Ce5F2x10+10xiSON– Šķīdumu sērija, kur ZrO₂ koncentrācija 109 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Sonifikācijas laiku palielināja ar 2 min intervālu 10 reizes, pēc tam ar 10 min intervālu i reizes.

5C0F2x10+10x7+60SON–Šķīdumu sērija, kur ZrO₂ koncentrācija 182 mg/L, kur fosforskābe nav pielikta. Sonifikācijas laiku palielināja ar 2 min intervālu 10 reizes, pēc tam ar 10 min intervālu 7 reizes, pēc tam sonificēja 60 min.

5C0F2x10+10xiSON–Šķīdumu sērija, kur ZrO₂ koncentrācija 182 mg/L, kur fosforskābe nav pielikta. Sonifikācijas laiku palielināja ar 2 min intervālu 10 reizes, pēc tam ar 10 min intervālu i reizes.

5Ce1F2x10+10x7+60SON– Šķīdumu sērija, kur ZrO₂ koncentrācija 109 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 1,00 M. Sonifikācijas laiku palielināja ar 2 min intervālu 10 reizes, pēc tam ar 10 min intervālu 7 reizes, pēc tam sonificēja 60 min.

5Ce1F2x10+10xiSON– Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija 109 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 1,00 M. Sonifikācijas laiku palielināja ar 2 min intervālu 10 reizes, pēc tam ar 10 min intervālu i reizes.

0CeipOL– Šķīdumu sērija, kur netika pievienots ZrO_2 , kur mainīja polimēra koncentrāciju.

1Ce5F10xiSON–Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija 36,4 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Visi šķīdumi atbilst dzesēšanas eksperimentam. Sonifikācijas laiku palielināja ar intervālu 10 min.

3Ce1F10xiSON–Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija ir 109 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 1M. Visi šķīdumi atbilst dzesēšanas eksperimentam. Sonifikācijas laiku palielināja ar intervālu 10 min.

3Ce5F10xiSON–Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija ir 109 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Visi šķīdumi atbilst dzesēšanas eksperimentam. Sonifikācijas laiku palielināja ar intervālu 10 min.

5Ce5FTAU25T– Mērījumu sērija ZrO_2 koncentrācija 182 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Temperatūra 25 °C.

5Ce5FTAU70T– Mērījumu sērija ZrO_2 koncentrācija ir 182 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Temperatūra 70 °C.

5Ceif1SER– Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 masas koncentrācija ir 182 mg/L, kurā mainās fosforskābes koncentrācija, kuru analizēja pirmajā sērijā.

5Ceif2SER–Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 masas koncentrācija ir 182 mg/L, kurā mainās fosforskābes koncentrācija, kuru analizēja otrajā sērijā.

5CeifDZV– Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija ir 182 mg/L, kur mainīja fosforskābes koncentrāciju. Tie ir šķīdumu, kurus analizēja vēl reiz pēc dzesēšanas eksperimenta.

0C1AD– Šķīdums, kurā šķīdinātājs ir DMF un SPEEK koncentrācija ir 1 g/10 mL, nav pievienots ZrO_2 .

2Ce5FTAU25T– Mērījumu sērija ZrO_2 koncentrācija 72,8 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Temperatūra 25 °C.

3Ce5F2xiSON–Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija 109 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Sonifikācijas laiku saka palielināt ar intervālu 2 min.

3CeIF2SER– Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 masas koncentrācija ir 109 mg/L , kurā mainās fosforskābes koncentrācija, kuru analizēja otrajā sērijā.

3CeIPOL–Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija ir 109 mg/L, kur mainīja polimēra koncentrāciju.

5C0F2xiSON–Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija 182 mg/L, kur fosforskābe nav pielikta. Sonifikācijas laiku saka palielināt ar intervālu 2 min.

5C1AD– Šķīdums, kurā šķīdinātājs ir DMF un SPEEK koncentrācija ir 1 g/10 mL, ZrO_2 saturs atbilst 5% izžāvētajā membrānā.

5Ce1F2xiSON– Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija 109 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 1,00 M. Sonifikācijas laiku saka palielināt ar intervālu 2 min.

5Ce1F5xiSON–Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija ir 182 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 1M. Visi šķīdumi atbilst dzesēšanas eksperimentam. Sonifikācijas laiku palielināja ar intervālu 5 min.

5Ce5F2xiSON – Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija ir 182 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Sonifikācijas laiku saka palielināt ar intervālu 2 min.

5Ce5F5xiSON– Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija 182 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Visi šķīdumi atbilst dzesēšanas eksperimentam. Sonifikācijas laiku palielināja ar intervālu 5 min.

5CeIFDZ –Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija 182 mg/L, kur mainīja fosforskābes koncentrāciju. Visi šķīdumi atbilst dzesēšanas eksperimentam.

DZ sērija– tas pats, ka 5CeIFDZ sērija.

DZV sērija– tas pats, kas 5CeIFDZV sērija.

iCe5F– šķīdumu sērija, kurās ZrO_2 masas koncentrācija ir 182; 146; 728; 36,4 mg/L. Visos šķīdumos fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M.

iCeJF– Viens no šķīdumiem 5Ce6F, 5Ce5F, 5Ce3F, 5Ce2F, 5Ce1F, 4Ce6F, 4Ce5F, 4Ce3F, 4Ce2F, 4Ce1F utt.

M5C1AD– membrāna, kuru ieguva žāvējot 5C1AD.

POL sērijas– 3CeIPOL un 0CeIPOL mērījumu sērijas.

SON sērijas — jebkura no šīm sērijām 5Ce1F5xiSON, 3Ce1F10xiSON, 3Ce5F10xiSON, 1Ce5F10xiSON, 5Ce5F5xiSON, 5C0F2xiSON, 5C0F2x10+10xiSON, 5C0F2x10+10x7+60SON, 5Ce1F2xiSON, 5Ce1F2x10+10xiSON, 5Ce1F2x10+10x7+60SON, 3Ce5F2xiSON, 3Ce5F2x10+10xiSON, 3Ce5F2x10+10xiSON.

TAU sērijas– 2Ce5FTAU25T, 5Ce5FTAU25T un 5Ce5FTAU70T mērījumu sērijas.

Ievads

Aktualitāte. Degšūnām, salīdzinot ar akumulatoriem un dzinējiem, piemīt dažas būtiskas priekšrocības. Pārim degšūna-siltumdzinējs teorētiski iespējama efektivitāte var būt būtiski lielāka par siltumdzinēja maksimālo teorētisko efektivitāti [1, 132.-149. lpp]. Piemēram, metanola degšūnām teorētiski maksimāli iespējamais enerģijas blīvums var pārsniegt to, kas ir iespējams litija akumulatoriem. Degviela degšūnām var būt sintezēta kodolelektrostacijās. Degšūnas ir klusākas par dzinējiem. Viens no degšūnu mīnusiem ir to dārgums, jo degšūnās, kurām ir ierobežots dzīves laiks, tiek izmantots platīna katalizators. Samazināt to izmantošanas cenu varētu uzlabojot degšūnu. Piemēram, uzlabojot membrānas materiālu, varētu palielināt degšūnas dzīves laiku vai padarīt tās efektīvākas. Viens no perspektīviem degšūnu membrānu materiāliem, kas tiek plaši pētīts, ir SPEEK. Savukārt uzlabot SPEEK, iespējams, varētu, uz tā bāzes izveidojot kompozītus. Piemēram, izmantojot ZrO_2 .

Problēmas situācija. Darba virsmērķis ir veicināt ZrO_2 /SPEEK membrānas ar vienmērīgi izkliedētām tetragonālām ZrO_2 nanodaļiņām iegūšanu. Membrānas iegūst no ZrO_2 /SPEEK/DMF šķīdumiem. Lai iegūtu homogēnu membrānu, ir nepieciešams iegūt ZrO_2 /SPEEK/DMF dispersiju, kurā ZrO_2 daļiņas būtu pēc iespējas mazākas. Lai to nodrošinātu, ir nepieciešams uzlabot ZrO_2 /SPEEK/DMF dispersijas pagatavošanas procedūru. Šī procedūra sastāv no vairākiem posmiem, katrs no kuriem var traucēt iegūt dispersiju ar vēlamajām īpašībām. Autora kursa darba ietvaros tika pagatavotas šādas dispersijas, bet neizdevās iegūt stabilus un ticamus zeta potenciāla mērījumus. Daļiņas neiekļāvās nanoizmēru robežās. Šajā darbā tiks pētīts viens no iespējamiem ZrO_2 /SPEEK/DMF dispersijas pagatavošanas procedūras posmiem, kas varēja traucēt vajadzīgo izmēru daļiņas un zeta potenciālus – ZrO_2 ūdens dispersijas pagatavošana.

Viens no veidiem, kā pagatavot ZrO_2 /SPEEK/DMF dispersiju ar vajadzīgajām īpašībām, ir izmantot koncentrētu ZrO_2 ūdens dispersiju. Šā darba praktiskajā daļā tiks izmantoti ELS, DLS metodes, kuru pamatpieņēmumi ir pretrunā ar koncentrētu dispersiju analīzi. Neskatoties uz to, koncentrētās dispersijas ir iespējams analizēt ar šādām metodēm – tās ir pietiekami jāatšķaida un jāatdzesē, tā lai agregācija apstātos. Tātad būs jāanalizē atšķaidītas suspensijas. Darba pirmā posmā ir pēc iespējas jāsamazina mainīgo skaits. Šādu koncentrēto dispersiju pagatavošanas procedūra ir sarežģīta, un tādu procedūru izstrāde ir laikietilpīga. Līdz ar to šā maģistra darba

ietvaros sāksim ar atšķaidīto ZrO_2 suspensiju stabilitātes izpēti. Tiek lēsts, ka paņēmieni, kas uzlabos atšķaidīto dispersiju stabilitāti būs starprezultāts, un nākamais solis būs šādas metodes izmēģināšana ar koncentrētākām dispersijām.

Šis darbs balstās uz uz autora kursa darbiem [2, 3].

Pētāmais objekts. SPEEK/ ZrO_2 nanokompozītu membrānas, kuras iegūst izmantojot DMF šķīdinātāju un gatavu ZrO_2 nanodaļiņu ūdens dispersiju, un to iegūšanas process.

Pētāmais priekšmets. Viena no membrānu pagatavošanas procesa posma uzlabošanas izpēte: agregatīvi un kinētiski stabili koncentrētu ZrO_2 dispersiju iegūšana un raksturošana ar ELS, DLS, SLS metodēm, tā lai varētu kvantitatīvi secināt par stabilitātes izmaiņām mainot dispersijas pagatavošanas procedūru.

Darba mērķis: Izmantojot ELS un DLS metodes, izpētīt iespēju iegūt atšķaidītas ZrO_2 ūdens dispersijas ar H_3PO_4 vai SPEEK piedevu, ar daļiņu izmēru 100 nm un zeta potenciālu, kas atbilst elektrostātiski stabilizētai agregatīvi stabīlai dispersijai.

Darba uzdevumi.

1) Noteikt optimālos ZrO_2 ūdens suspensijas fosforskābes klātbūtnē sonificēšanas apstākļus.

2) Izpētīt ZrO_2 ūdens suspensijas fosforskābes klātbūtnē iegūšanas iespēju, kurai būtu šādas īpašības: zeta potenciāls, kas atbilst agregatīvi stabīlai suspensijai un daļiņu diametru ap 100 nm.

3) Izpētīt ZrO_2 ūdens suspensijas SPEEK polimēra klātbūtnē iegūšanas iespēju, kurai būtu šādas īpašības: zeta potenciāls, kas atbilst agregatīvi stabīlai suspensijai un daļiņu diametru ap 100 nm.

4) Noteikt ZrO_2 koncentrāciju, kura iekļautos tādās robežās, kuros drīkst veikt DLS un ELS analīzes un iegūt adekvātus datus.

5) Izpētīt ZrO_2 ūdens suspensijas fosforskābes klātbūtnē iegūšanas iespēju, kuru pagatavoja pievienojot atdzesētai sonificētai ZrO_2 ūdens suspensijai atdzesētu fosforskābi, un kurai būtu šādas īpašības: zeta potenciāls, kas atbilst agregatīvi stabīlai suspensijai un daļiņu diametru ap 100 nm.

6) Noteikt vai ir būtiski kontrolēt laiku, kas ir starp sonificēšanu un DLS vai ELS analīzi, t.i. vai analizētas ZrO_2 ūdens suspensijas ir agregatīvi stabīlas stundas laikā.

7) Apskatīt literatūru par DLS un ELS un iegūstamiem lielumiem: izpētīt ķēdi no fizikāla procesa paraugā līdz mērījumu rezultātiem, izpētīt, vai tajā ir pretrunas ar izveidota eksperimenta pamatpieņēmumiem.

8) Izpētīt literatūru par citām ZrO_2 ūdens suspensijas raksturošanas bieži lietojamiem metodēm, kādus raksturlielumus iegūst ar novirzi uz ZrO_2 suspensiju stabilitāti raksturojošiem mikroskopiskiem raksturlielumiem.

9) Izpētīt literatūru par ZrO_2 suspensijas stabilitāti noteicošiem raksturlielumiem ar novirzi uz saistību ar ZrO_2 fizikāliem raksturlielumiem, kurus noteic ar ZrO_2 bieži izmantotiem raksturošanas metodēm. Tas ir vajadzīgs tādēļ jo ir daudz dažādu fizikālo lielumu, ar kuriem raksturo ZrO_2 suspensijas stabilitāti, un daudz dažādu ZrO_2 paveidu, bet mikroskopisko raksturlielumu ir daudz mazāk, līdz ar to tie ir dabiska bāze eksperimentālo rezultātu sistematizēšanā un salīdzināšanā savā starpā.

1. LITERATŪRAS APSKATS

1.1. Potenciāls un spēks

Diferenciālās formas. Izteiksmi zem līklīnijas integrāļa sauc par diferenciālo formu. Šī diferenciālā forma var būt pilnais un nepilnais diferenciāls. Pilnais diferenciāls ir tas pats, kas tiešais diferenciāls. Ja tā ir pilnais diferenciāls, tad runā, ka diferenciālu var nointegrēt. Ja diferenciāls nav pilnais, tad to ir iespējams nointegrēt, ievietojot attiecīga integrāļa izteiksmē līnijas vienādojumu.

Uz pilno diferenciālu $dz = f_y(x, y)dx + f_x(x, y)dy$ var skatīties, kā uz pieskares plaknes vienādojumu Dekarta koordinātu sistēmā, kuras sākumpunkts ir pētāmajā virsmas punktā un koordinātu sistēmas mainīgie ir dx , dy , dz , bet x , y z ir konstantes apskatāmajam virsmas punktam, f_x un f_y ir koeficienti, kuri ir konstanti apskatāmajam punktam un apraksta plaknes, kas iet caur pētāmo punktu stāvokli, tie ir analogi taisnes slīpuma koeficientam k [4, 472.-494.].

Nepilna un pilna diferenciāla jēga. Punktam P kustības formu apraksta kāda līkne L . To kustina kāds spēks \vec{F} . Katra telpas punktā definēta vektora \vec{F} vērtība, šādā gadījumā saka, ka punkts kustās vektoru laukā $\vec{F}(x, y, z)$. Darbu, kuru veicis punkts, aprēķina pēc formulas:

$$W_L = \int_L \vec{F}(x, y, z) \cdot d\vec{r} \quad (1.1).$$

Izteiksme zem līklīnijas integrāļa ir diferenciālā forma, tā var būt pilnais vai nepilnais diferenciāls. Bieži līklīnijas integrāli aprēķina aizvietojot koordinātes ar to parametriskām izteiksmēm, šāda veidā iegūst Leibnica integrāli.

Dažiem vektoru (spēku) laukiem piemīt īpašība, ka:

$$W_L = \oint \vec{F}(x, y, z) \cdot d\vec{r} = 0 \quad (1.2)$$

šādus vektoru laukus $\vec{F}(x, y, z)$ sauc par konservatīvajiem jeb potenciāliem.

Nosacījums

$$W_L = \oint \vec{F}(x, y, z) \cdot d\vec{r} = 0 \quad (1.3)$$

izpildās tad un tikai tad, ja $\vec{F}(x, y, z) \cdot d\vec{r}$ ir pilnais diferenciāls.

Divu mainīgo gadījumā $\vec{F}(x, y) \cdot d\vec{r}$ ir pilnais diferenciāls tad un tikai tad, ja izpildās Eilera nosacījums:

$$\frac{\partial F_x}{\partial y} = \frac{\partial F_y}{\partial x} \quad (1.4)$$

un

$$\frac{\partial F_x}{\partial y} = \frac{\partial F_y}{\partial x} \quad (1.5).$$

Eilera nosacījumam triju mainīgo gadījumā ir ekvivalenta izteiksme

$$\nabla \times \vec{F}(x, y, z) = 0 \quad (1.6)$$

jeb

$$\begin{vmatrix} \hat{i} & \hat{j} & \hat{k} \\ \frac{\partial}{\partial x} & \frac{\partial}{\partial y} & \frac{\partial}{\partial z} \\ F_x & F_y & F_z \end{vmatrix} = 0 \quad (1.7).$$

[4, 472.-494. lpp, 5, 901.-920. lpp].

Potenciāls un stāvokļa funkcija ir viens un tas pats. Vektoru (spēka) lauks ir potenciāls tad un tikai tad, ja eksistē tāda funkcija $\Phi(x, y, z)$, ka

$$\nabla \Phi(x, y, z) = \vec{F}(x, y, z) \quad (1.8).$$

Potenciāla Φ gradients ir spēks $\vec{F}(x, y, z)$.

Ja izpildās nosacījums

$$W_L = \oint \vec{F}(x, y, z) \cdot d\vec{r} = 0 \quad (1.9),$$

tad integrāļa vērtība ir atkarīga tikai no gala un sākuma punktiem, t.i.:

$$W_L = \int_{(x_1, y_1, z_1)}^{(x_2, y_2, z_2)} \vec{F}(x, y, z) \cdot d\vec{r} = \Phi(x_2, y_2, z_2) - \Phi(x_1, y_1, z_1) \quad (1.10)$$

[4, 472.-494. lpp, 6, 102.-210. lpp].

Ja izpildās nosacījums:

$$W_L = \oint \vec{F}(x, y, z) \cdot d\vec{r} = 0 \quad (1.11)$$

, tad izpildās:

$$W_L = \int_{(x_1, y_1, z_1)}^{(x_2, y_2, z_2)} \vec{F}(x, y, z) \cdot d\vec{r} = \int_{x_1}^{x_2} F_x(x, y, z) \cdot dx \hat{i} + \int_{y_1}^{y_2} F_y(x, y, z) \cdot dy \hat{j} + \int_{z_1}^{z_2} F_z(x, y, z) \cdot dz \hat{k} \quad (1.12).$$

Šī izteiksme apslēptā veidā tiek bieži izmantots termodinamikas izvedumos, to tiešā veidā nepieminot. Tas ir būtiski, ja ir runa par potenciālu saskaitīšanu, ja tie ir izvesti pie dažādiem pieņēmumiem, tā pamato kāpēc tos drīkst saskaitīt [4, 472.-494. lpp, 5, 901.-920. lpp].

Potenciālā enerģija un spēks. Visu, kas šeit tika teikts par spēku laukiem, var vispārināt līdz jebkādu diferenciālo formu īpašībām. Ja potenciāls ir atkarīgs tikai no viena mainīgā, tad katram attāluma punktam atbilst spēks, kas darbojas uz apskatāmo punktu, un tas ir vienāds ar potenciāla atvasinājumu pēc attāluma. Potenciālam $\Phi(r)$ atbilst spēks

$$F(r) = \frac{d\Phi(r)}{dr} \quad (1.13).$$

Tāad potenciāla grafiks var tikt izmantots, lai ilustrētu spēka atkarību no attāluma starp diviem punktiem [4, 472.-494. lpp, 5, 901.-920. lpp].

Elektriskais potenciāls ψ un Potenciālā enerģija elektriskajā laukā Φ ir atšķirīgi jēdzieni. Pirmais jēdziens atbilst elektriska spēka lauka potenciālam:

$$\nabla \Phi(x, y, z) = \vec{F}_{el}(x, y, z) \quad (1.14).$$

Otrais atbilst elektriska sprauguma lauka potenciālam:

$$\nabla \psi(x, y, z) = \vec{E}(x, y, z) \quad (1.15).$$

Sakarība starp potenciālo enerģiju un elektrisko potenciālu ir šāda:

$$\Phi(x, y, z) = q\psi(x, y, z) \quad (1.16)$$

[7].

1.2. Dispersiju stabilitāte

Termodinamiska stabilitāte. Dispersā sistēma jeb dispersija sastāv vismaz no divām fāzēm, starp kurām pastāv liela starpfāžu robežvirsmā. Vienu no tām sauc par disperso fāzi, otro – par disperso vidi. Dispersā sistēma ir tādu jēdzienu kā suspensija, emulsija, aerosols un putas vispārinājums [8, 80.-81. lpp].

Dispersās sistēmas iedala liofobās un liofīlās. Liofobās ir tās, kurām veidošanās Gibsa enerģija ir pozitīva $\Delta G > 0$, to agregācija ir termodinamiski izdevīga. Piemērs: CaCO₃ suspensija ūdenī. Liofīlās ir tās, kuru veidošanās Gibsa enerģija ir negatīva, t.i. $\Delta G < 0$ un to agregācija ir termodinamiski neizdevīga. Piemērs: nātrija stearāta micelas, polimēru šķīdumi. [10, 10.-14. lpp, 27.-32. lpp., 9, 308.-310. lpp.]

Stabilitātes veidi. Disperso sistēmu stabilitāti raksturo vairāki lielumi. Ja ir runa par stabilitāti pret sedimentāciju, tad to sauc par kinētisko jeb sedimentatīvo stabilitāti. Piemērs: mala suspensija tīrā ūdenī. Ja ir runa par stabilitāti pret agregāciju, tad to sauc par agregatīvo stabilitāti. Piemērs: pienam pievieno skābi un novēro nogulšņu veidošanos. Vēl definē dispersiju ķīmisko stabilitāti, piemēram, CaCO₃ sāk šķīst skābā vidē [10, 10.-14., 27.-32. lpp.].

Agregācija, koagulācija un flokulācija. Agregācija ir daļiņu salipšana savā starpā. Ir divi agregācijas paveidi: koagulācija un flokulācija. Terminus koagulācija, flokulācija, agregācija, aglomerācija literatūrā mēdz lietot kā sinonīmus. Par koagulāciju var saukt daļiņu savienošanos, kuras rezultātā attālums starp tām atbilst primāram minimumam uz to mijiedarbības potenciālās enerģijas diagrammas. Par flokulāciju var saukt procesu, kurā daļiņas savienojas savā starpā un attālums starp daļiņām atbilst sekundāram minimumam uz to mijiedarbības potenciālās enerģijas diagrammas. Par flokulāciju var saukt procesu, kura rezultātā veidojas irdeni veidojumi, kuri sastāv no irdeni sapatotām daļiņām, kuru starpā ir dispersā vide. Agregācija var būt atgriezeniska un neatgriezeniska. Flokulācija bieži ir atgriezeniska [10, 10.-14., 27.-32. lpp., 9, 325. lpp., 13, 684. lpp].

1.3. Daļiņu izmēru, iegūto ar dažādām metodēm salīdzināšana

Daļiņu izmēri. Flokulas ir sekundārās daļiņas, un tās sastāv no primārām daļiņām. Ar atšķirīgām metodēm var iegūt primāru vai sekundāru daļiņu raksturlielumus. Piemēram ar XRD un Šērera metodi iegūst primāro daļiņu izmērus, bet ar DLS, SLS un ELS sekundāro daļiņu izmērus [10, 10.-14., 27.-32. lpp.].

Ar dažādām metodēm iegūst dažādus vidējus daļiņu izmēru lielumus, bet visi ir pareizi. Tas ir tāpēc, ka dispersijas ir polidispersās un ar katru metodi iegūst dažāda veida vidējo svērtu.

Piemēram, ja ir daļiņu sadalījums ir pēc virsmas laukuma vai pēc masas, tad katram var aprēķināt vidējo aritmētisko vērtību un tos izmantot vidēju daļiņu diametru, tad iegūst atšķirīgus lielumus. Izrādās, ka šie vidējie diametri aprēķināti “nepareizi”, bet šiem “nepareizajiem” lielumiem ir matemātiskā jēga un tos bieži izmanto praksē. Šie lielumi ir cieši saistīti ar matemātiskā momenta jēdzienu [11, 10, 34.-49. lpp].

1.1. tabula

Bieži izmantojamas molmasas vidējās vērtības [12, 196. lpp., 10 49. lpp]

Formula	Nosaukums	Noteikšanas metode
$\overline{M}_n = \frac{\sum_i f_i M_i}{\sum_i f_i} = \frac{\sum_i w_i}{\sum_i w_i / M_i}$	Skaita vidējā molmasa	Osmotiskais spiediens
$\overline{M}_w = \frac{\sum_i f_i M_i^2}{\sum_i f_i M_i} = \frac{\sum_i w_i M_i}{\sum_i w_i}$	Masas vidējā molmasa	Statiskā gaismas izkliede, sedimentācija
$\overline{M}_z = \frac{\sum_i f_i M_i^3}{\sum_i f_i M_i^2} = \frac{\sum_i w_i M_i^2}{\sum_i w_i M_i}$	Z-vidējā molmasa	Sedimentācijas ātrums

Intensitātes vidējais diametrs. Intensitātes vidējā diametra definīcija

$$d_I = \frac{\sum_i I_i}{\sum_i \frac{I_i}{d_i}} \quad (1.17)$$

kur I_i – izkļiedētās gaismas intensitāte no daļiņas ar diametru d_i .

Ja daļiņas ir Releja izkļiedētāji, tad

$$d_I \approx d_{1/2} = \frac{\sum_i d_i^6 f_i}{\sum_i d_i^5 f_i} \quad (1.18)$$

kur f_i – daļiņu skaitliska frekvence, d_i – daļiņu diametrs [14, 15, 265.-267., 16, 5475.-5476. lpp.].

Polidispersitātes indekss, tas ir lielums, kuru izmanto daļiņu izmēru sadalījuma platuma raksturošanai. Literatūrā ir sastopami vismaz divi atšķirīgie lielumi, kurus sauc par polidispersitātes indeksiem:

- 1) DLS eksperimentā noteiktais

$$PDI = \frac{2 d_{DLS} \cdot \sum_i I_i \left(\frac{1}{d_i^2} - \frac{1}{d_{DLS}^2} \right)}{\sum_i I_i} \quad (1.19)$$

2) Aprēķinātais no masas un skaita sadalījumiem

$$PI = \frac{M_w}{M_n} \quad (1.20).$$

DLS eksperimentā noteiktais PDI raksturo diametr intensitātes sadalījuma platumu.

Otrs polidispersitātes indekss raksturo masas diametru sadalījuma platumu [17, 14, 10, 46.-47. lpp., 18].

DLS eksperimentā noteiktā polidispersitātes indeksa saistība ar daļiņu izmēru intensitātes sadalījumu. Šo lielumu iegūst no autokorelācijas funkcijas, kuru aproksimē ar līkni, kurai piemeklē koeficientus (kumulantus). Tikai pirmie divi koeficienti der, pārējiem ir pārāk liela kļūda. Tad un tikai tad, kad visi kumulanti ir vienādi ar nulli, neieskaitot pirmos divus, tas ir normālais sadalījums. Ja pieņem, ka diametru intensitātes sadalījums pakļaujas normālam sadalījumam, tad

$$PDI = \frac{\sigma^2(d_I)}{\mu^2(d_I)} \quad (1.21).$$

Zinot normālā sadalījuma standārtnovirzi un vidējo vērtību tas ir tas pats ka zināt tā sadalījuma līkni [18, 16, 5470.-5489. lpp., 23, 107. lpp.].

Saistība starp daļiņu intensitātes izmēru sadalījumu PDI un $G(\Gamma)$ sadalījuma polidispersitātes indeksiem PDI . Literatūrā runājot par

$$PDI_\Gamma = \frac{\sigma^2(\Gamma)}{\langle \Gamma \rangle^2} \quad (1.22)$$

to attiecina uz $G(\Gamma)$ un

$$PDI_{d_I} = \frac{\sigma^2(d_I)}{d_I^2} \quad (1.23)$$

uz d_I sadalījumiem, tas neizskatās neapšaubāmi pats par sevi saprotams, bet ja $G(\Gamma)$ ir normāli sadalīts tad var pierādīt, ka vismaz šajā gadījumā tas ir taisnība, t.i. ja norimšanas laiku Γ intensitātes sadalījums $G(\Gamma)$ ir normāli sadalīts, tad diametru intensitātes sadalījums arī

ir normālais sadalījums, un abu sadalījumu relatīvās standartnovirzes ir vienādas [19, 97.-105. lpp, 20, 18, 16, 5475.-5476. lpp].

1) Ja ir divi nejauši mainīgie X un Y , zināms, ka $Y = \varphi(X)$ un φ ir strikti monotona funkcija, un nejaušais lieluma X varbūtības blīvuma sadalījuma funkcija ir $f(x)$, tad nejauša lieluma Y varbūtības blīvuma sadalījuma funkcija ir:

$$g(y) = f(\varphi^{-1}(y)) \cdot \left| \frac{d(\varphi^{-1}(y))}{dy} \right| \quad (1.24).$$

2) Ja izvēlās $y = \varphi(x)$ vietā $y = \frac{a}{x}$ un $f(x)$ ir normālais sadalījums, tad var pierādīt, ka $g(y)$ - pakļaujas normālām sadalījumam, un $\frac{\sigma_x}{\mu_x} = \frac{\sigma_y}{\mu_y}$. To var izdarīt rīkojas līdzīgi ka [19, 103. lpp.] atrodot standartnovirzi un vidējo vērtību un izdalot vienu ar otru.

3) Tātad, ja starp lielumiem X un Y ir apgriezta sakarība un viens no tiem X ir normāli sadalīts, tad otrs Y arī normāli sadalīts un abu lielumu X un Y relatīvas standartnovirzes ir vienādas $\frac{\sigma_x}{\mu_x} = \frac{\sigma_y}{\mu_y}$.

Tātad

$$PDI_{\Gamma} = \left(\frac{\sigma_{\Gamma}}{\mu_{\Gamma}} \right)^2 = \left(\frac{\sigma_{di}}{\mu_{di}} \right)^2 = PDI_{di} \quad (1.25)$$

[19, 97.-105. lpp., 20, 18, 16, 5475.-5476. lpp.].

Ja daļiņām ir lognormālais sadalījums, tad $PDI_{\Gamma} = \sigma_{dz}^2 = \sigma_{di}^2$ [21].

Sakarības starp dažāda veida diametru sadalījumiem. Praksē izmanto vairākus daļiņu diametru sadalījumu raksturlielumus, kuri ir analogi vidējai vērtībai. Tas ir tāpēc, ka eksperimentā iegūst nevis vidējo aritmētisko, bet vidējos svērtos vai vidējo svērto attiecības, kur svēršanas faktori ir atkarīgi no diametriem. Dažāda veida daļiņu diametrus vispārina ar šāda vienādojuma palīdzību:

$$D_{mn}^{m-n} = \frac{\int_0^{\infty} f_N(D) D^m dD}{\int_0^{\infty} f_N(D) D^n dD} \quad (1.26)$$

kur D_{mn} ie m-n-vidējais diametrs, $f_N(D)$ – skaitliska daļiņu frekvence.

Piemēri:

1) Viens-nulle diametrs, jeb vidējais aritmētiskais diametrs:

$$D_{10} = \frac{\int_0^{\infty} f_N(D) D dD}{\int_0^{\infty} f_N(D) dD} \quad (1.27)$$

2) Trīs-divi vidējais diametrs, jeb virsmas-tilpuma diametrs, jeb Sautera diametrs:

$$D_{32} = \frac{\int_0^{\infty} f_N(D) D^3 dD}{\int_0^{\infty} f_N(D) D^3 dD} \quad (1.28)$$

Šādus diametrus vel sauc par momentu vidējiem diametriem [15, 37.-46. lpp., 22, 327. lpp.].

Moda un vidējā vērtība. Tā vērtība, kas atbilst smailes maksimumam vispārējā gadījumā nav vienāda ar tās smailes vidējo vērtību. Litesizer iekārta dod divu veidu zeta-potenciālus “zeta potencial” un “distribution peak”, pirmais atbilst vidējai vērtībai, otrais mediānai vērtībai [59, 27, 47. lpp.].

Gaismas izkliedes eksperimentu klasifikācija. Par statiskās gaismas izkliedes (SLS) eksperimentu, sauc, gaismas izkliedes eksperimentu, kura mēra gaismas intensitāti un detektora iztures laiks ir liels, un var uzskatīt, ka mērāma gaismas intensitāte nav atkarīga no laika.

Par dinamiskās gaismas izkliedes (DLS) eksperimentu sauc, gaismas izkliedes eksperimentu, kurā mēra izkliedētās gaismas intensitāti atkarību no laika [23, 85. lpp.].

Dispersiju iedalījums pēc gaismas izkliedes likumiem, kuri tos apraksta. Daļiņas var pētīt ar statiskas (SLS) vai ar dinamiskas (DLS) gaismas izkliedes metodēm. Atkarībā no tā, kā tie izkliedē gaismu SLS eksperimentos, tos iedala Releja, Debaja, Mī un Fraunhofera izkliedētājos. Daļiņas tiek apstarotas ar gaismu, kuras viļņu garums ir λ .

- Ja daļiņām $d \ll \lambda$, t.i. to izmērs ir daudz mazāks par viļņa garumu, tad tos sauc par Releja izkliedētājiem, un šādu dispersiju gaismas izkliedi apraksta Releja teorija.
- Ja daļiņu diametrs nepārsniedz $d \lambda / 20 n_0$, tad tos sauc par Debaja izklaidētājiem, un šādu dispersiju gaismas izkliedi apraksta Debaja teorija.
- Ja $d \approx \lambda$, tad šādas daļiņas sauc par Mī izkliedētājiem, un šādu dispersiju gaismas izkliedi apraksta Mī teorija.

- Ja $d \gg \lambda$, tad šādas daļiņas sauc par Fraunhofera izkliedētājiem, un šādu dispersiju gaismas izkliedi apraksta Fraunhofera teorija.
- Ja daļiņas ir liofīlas, piemēram, runa ir par polimēru šķīdumiem, tad tiek izmantoti termodinamikas sakarības kopā ar gaismas izkļēdes likumiem, t.i., šādas formulas nevar būt pielietotas liofobām dispersijām[24, 286. lpp., 26, 16, 5349.-5352. lpp., 25, 55.-56. lpp.].

1.4. Gaismas izkļēdes likumi

Tabulā 1.1 ilustrācijai ir apkopots, kādām dispersijas sistēmām un kāds vienādojums ir jālieto. Visos SLS vienādojumos pieņem, ka gaisma nav polarizēta. Visi vienādojumi der polidispersām sistēmām.

1.2. tabula

Pamatvienādojumi, kuri apraksta gaismas izkliedi gan liofilam gan liofobam dispersām sistēmām [10, 223.-236. lpp., 19, 16.-18. lpp., 14, 18, 16, 5470.-5480. lpp., 12, 28, 117.-119. lpp., 29]

Nr	Pieņēmumi	Teorijas nosaukums	Pamatvienādojums	Dispersiju raksturlielumi
1	$d \ll \lambda$	SLS, Releja	$\frac{i_s}{I_0} = \frac{2\pi^2 M}{r^2 \lambda^4 N_A \rho} (n-1)^2 (1 + \cos^2 \theta)$	Daļiņu molmasa
2	$d \approx \lambda$	SLS, Mī	$I(\theta) = \frac{I_0}{2k^2 r^2} (S_1^2(\theta) + S_2^2(\theta))$	
3	$d \gg \lambda$	SLS, Fraunhoferā	$I = I_0 \left(\frac{J_1(x \sin \theta)}{x \sin \theta} \right)^2$ vai $I = I_0 \cdot \frac{x^4}{k^2 r^2} \cdot \left(\frac{J_1(x \sin \theta)}{x \sin \theta} \right)^2$	
4	$d \ll \lambda$, vai $d \approx \lambda$, vai $d \gg \lambda$	DLS, komulantu metode	$\frac{1}{2} \ln(B[g^{(2)}]^2) \approx a_0 - a_1 t_d + a_2 t_d^2$ $Q = \frac{2a_2}{a_1^2} a_1 = \Gamma \Gamma = Dq^2$ $d_h = \frac{k_B T}{3\eta D}$	Γ – norimšanas funkcija, D – difūzijas koeficients, d_h – daļiņu hidrodinamiskais diametrs, Q – poildispersitātes indekss

1.3. tabula

Pamatvienādojumi, kuri apraksta gaismas izkliedi liofilām un liofobām dispersām sistēmām (turpinājums) [10, 223.-236. lpp., 19, 16.-18. lpp., 14, 18, 16, 5470.-5480. lpp., 12, 28, 117.-119. lpp., 29]

Nr.	Palīgmainīgie	Nosaukums un ka iegūst
1		r – attālums no ķīvetes līdz detektoram, θ – detektora leņķis attiecībā pret krītošu staru, N_A – Avogadro skaitlis, n – daļiņu laušanas koeficients, M – daļiņu molmasa, ρ – šķīduma blīvums, I_0 – krītoša stata intensitāte, π – pī skaitlis, λ – viļņa garums gaismas avotam.

2	$k = \frac{2\pi}{\lambda}$	$S_1(\theta)$ un $S_2(\theta)$ – izkliedes funkcijas, k – viļņa skaitlis.
3	$x = \frac{\pi d}{\lambda}$	d – daļiņu diametrs.
4	$q = \frac{4\pi\tilde{n}}{\lambda} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)$	t_d – Norimšanas laiks (Decay time), q – izkliedes vektors (scattering vector), \tilde{n} – šķīduma laušanas koeficients.

1.4. tabula

Pamatvienādojumi, kuri apraksta gaismas izkliedi tikai liofilam dispersām sistemām [10, 223.-286. lpp,19, 16.-18. lpp,12]

Nr	Pieņēmumi	Teorijas nosaukums	Pamatvienādojums	Dispersiju raksturlielumi
1	$d \ll \lambda$	Releja	$\left\{ \frac{K_c}{R_\theta} = \frac{1}{M} + 2B\gamma \right.$	M – Molmasa, B – otrais virālais koeficients.
2	$d \lambda / 20n_0$	Debaja	$\left\{ \frac{K_c}{R_\theta} = \frac{1}{P(\theta)} \left(\frac{1}{M} + 2B\gamma \right) \right.$	M – Molmasa, B – otrais virālais koeficients, $P(\theta)$ – izkliedes faktors
3	$d \lambda / 20n_0$, maziem leņķiem	Debaja, maziem leņķiem. Zimma grafiks	$\left\{ \begin{aligned} \frac{K_c}{R_\theta} &= \frac{1}{P(\theta)} \left(\frac{1}{M} + 2B\gamma \right) \\ \frac{1}{P(\theta)} &= 1 + \frac{16\pi^2 \bar{R}_g^2}{3\lambda^2} \sin^2\left(\frac{\theta}{2}\right) \end{aligned} \right.$	M – Molmasa, B – otrais virālais koeficients, R_g – girācijas rādiuss.

1.5. tabula

Pamatvienādojumi, kuri apraksta gaismas izkliedi tikai liofilām dispersām sistemām (turpinājums)[10, 223.-286. lpp,19, 16.-18. lpp,12]

Nr.	Palīgmainīgie	Nosaukums un ka iegūst
1	Releja attiecība $R_\theta = \frac{i_s r^2}{I_0 (1 + \cos^2 \theta)}$ $K = \frac{2\pi^2 n^2 (dn/dc)}{N_A \lambda^4}$	Iekārtas sāku parametri. i_s – krītoša stara intensitāte, I_0 – krītoša stara intensitāte, θ – detektora leņķis Diferenciālā un parastā refraktometra dati, iekārtas sāku parametri. π – pī skaitlis, n – šķīduma gaismas laušanas koeficients, $dn/d\gamma$ –

		laišanas koeficienta gradients, λ – viļņa garums gaismas avotam
2	$P(\theta) = \frac{i_p}{i_s}$	$P(\theta)$ – formas faktors, i_p – novērota izkliedētas gaismas intensitāte, i_s – gaismas intensitāte, kurai ir jābūt pēc Releja teorijas

1.5. Dispersiju stabilitāte

Dispersiju stabilizēšanas paņēmieni klasifikācija. Dispersijas var būt stabilizētas ar polimēru, elektrostātiski, funkcionalizējot virsmu un ar VAV. Elektrostātiska stabilizācija var notikt jonu adsorbcijas vai virsmas jonizācijas dēļ, vai izveidojot hidratēto oksīdu, kuram klāt ir elementa ar citu valenci piemaisījums. Viens no viediem, ka adsorbcija var notikt ir pēc Fajanca-Paneta likumības, kad tiek turpināts koloīdālās daļiņas kristaliskasi režģis, piemēram, Cl- jonu adsorbcija uz AgCl virsmas [30, 117.-118. lpp., 9, 345., 355. lpp., 31, 104.-105. lpp.].

Adsorbcija var notikt bez daļiņas kristāliska režģa turpināšanas, ka tas notiek adsorbējoties OH- joniem uz parafīna virsmas. Polimēru stabilizācijai ir divi paveidi: izspiešanas un steriska stabilizācija ar polimēru. Pirmajā gadījumā polimērs pārklāj daļiņu virsmas, otrajā – atrodas starp daļiņām un neļauj tām satuvoties. No daļiņu virsmas spraiguma ir atkarīgs, vai cietējošā viela tiks iekļautas daļiņas. VAV adsorbēšana uz daļiņa-dispersa fāze robežvirsmā samazina tās virsmas spraigumu [30, 117.-118. lpp., 9, 345., 355. lpp., 31, 104.-105. lpp.].

Stabilizēšanas metodes izvēle. Jo lielāks ir jona kristāliskais rādiuss, jo labāk tas adsorbējas. Vislabākas stabilizējošas īpašības ir amfifiliem polimēriem: tādiem kuriem ir grupas kuras gan labi gan slikti šķīst dotajā vidē. Elektrostātiski stabilizētās dispersijas ir mazāk jutīgas pret temperatūras paaugstināšanu nekā ar polimēru stabilizētās dispersijas. Dispersijas, kas ir stabilizētas ar polimēru, ir mazāk jutīgas pret elektrolīta pievienošanu nekā elektrostātiski stabilizētās dispersijas [32, 17.-49. lpp., 9, 355.-356. lpp.].

ZrO₂ virsmas funkcionalizēšana. ZrO₂ virsmai alkilgrupoas var piepotēt ar silanolu un ar orgānisko fosfātu palīdzību. Ja ZrO₂ virsmai piepotē alkilgrupas, tad labāk to darīt ar neorganiskiem fosfātiem, jo Zr-O-P saite ir stipra [33, 178.-181. lpp.].

Disperso sistēmu iedalījums pēc to mijiedarbību cietajā polimēra materiālā.

Aktīvās pildvielas ir tādas, kuras veido liofilu dispersiju polimerā. Starp polimēru un daļiņām veidojas adsorbcijas slānis. Šādas pildvielas uzlabo polimēra mehāniskas īpašības. Jo mazākas ir daļiņas, jo lielāks ir adsorbcijas slāņa daudzums un būtiskāka ir to ietekme uz materiāla īpašībām.

Neaktīvās pildvielas ir tādas, kuras veido liofobu dispersiju polimerā. Starp polimēru un daļiņu neveidojas adsorbcijas slānis. Šādas dispersijas neuzlabo polimēra īpašības. Neaktīvās pildvielas var padarīt par aktīvām, mainot daļiņu virsmas ķīmisko sastāvu [34, 187.-220. lpp, 35, 15.-39. lpp., 36, 13.-15. lpp.].

Dispersiju iedalījums pēc sedimentatīvās stabilitātes. Par sedimentatīvi nestabilām sauc dispersijas, kurām $i_{sed} \gg i_{dif}$ tad to apraksta Stoksa vienādojums. Par sedimentatīvi stabilām sauc dispersijas, kurām $i_{sed} \ll i_{dif}$, šajā gadījumā dispersiju sauc par sedimentatīvi stabilu, daļiņas ir vienmērīgi sadalītas šķīduma tilpumā. Runā, ka dispersija atrodas sedimentācijas līdzsvarā, ja $i_{sed} \approx i_{dif}$. Daļiņas nogulsņējas, bet process apstājas noteiktā posmā – sedimentācijas līdzsvarā. Daļiņu izmēri sadalījums ir funkcija no augstuma. Sedimentācijas līdzsvaru raksturo ar Laplasa-Perēna vienādojumu [9, 322.-330. lpp., 31, 124.-130. lpp.].

Ir jāņem vērā, ka agregāta blīvums var būtiski atšķirties no nepārtrauktās vielas blīvuma, tās vērtība atrodas starp dispersas fāzes un vides blīvumu vērtībām. Ir jāņem vērā, ka uz virsmas veidojas cirkonija hidroksīda slānis, un tas var būtiski ietekmēt daļiņu blīvumu, ZrO₂ daļiņas blīvums mainās atkarībā no izmēra no 5,2 līdz 5,9 [37, 10, 32. lpp.].

1.6. tabula

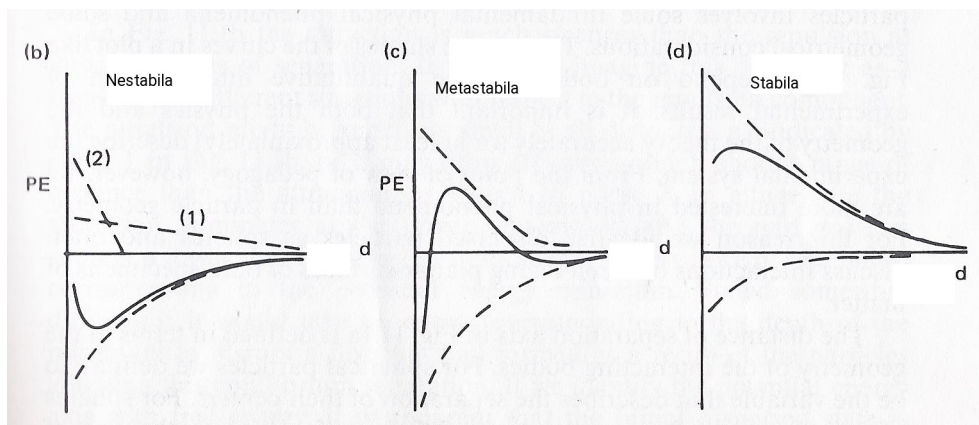
Furmulas, kuras apraksta daļiņu sedimentāciju [9, 322.-330. lpp., 31, 124.-130. lpp.].

	Rakstuvienādojums	Mainīgie
Sedimentatīvi nestabila dispersija	$U = \frac{2(\rho - \rho_0)g r^2}{9\eta}$	U – rezultējošais ātrums, kas vienāds ar sedimentācijas ātrumu, ρ un ρ_0 – attiecīgi dispersās fāzes un dispersās vides blīvums, g – brīvas krišanas paātrinājums, η – dispersās vides viskozitāte, r – sfēriskas daļiņas rādiuss (vai nesfēriskas daļiņas ekvivalentais rādiuss).
Sedimentatīvi stabila dispersija	Vienmērīgs sadalījums pa visu tilpumu	

Sedimentācijas līdzsvars dispersija	$\ln \frac{c_{ap}}{c_{au}} = \frac{M g (\rho - \rho_0) h}{R T \rho}$	Šeit c_{au} un c_{ap} – attiecīgās daļiņu koncentrācijas augstumos augšā un apakšā, M – daļiņas micelāra masa, h – dispersās sistēmas augstums, R un T – universāla gāzes konstante un absolūtā temperatūra
-------------------------------------	--	---

1.6. Faktori kas ietekmē uz dispersiju agregatīvo stabilitāti

Agregatīvā stabilitāte. Kloīdālās daļiņas Brouna kustības dēļ nepārtraukti sadurās. Starp daļiņām ir spēki, kuri noteic to mijiedarbību, spēkus raksturo ar to potenciālu jeb potenciālo enerģiju. Spēku potenciālu var apskatīt, ka atgrūšanas un pievilkšanas potenciālu summu. Agregatīvo stabilitāti raksturo dažādas formulas atkarībā no atgrūšanas un pievilkšanas potenciālu līkņu attiecības savā starpā. Var pieņemt, ka pievilkšanu izraisa tikai Van der Vālsa spēki, un atgrūšanu tikai elektrostatiski spēki [10, 612.-616., 632.-639. lpp., 12, 127.-142. lpp, 39, 205.-206. lpp.].



1.1. att. Daļiņu mijiedarbības potenciāla atkarība no attāluma starp tiem un atgrūšanas un pievilkšanas spēku relatīva lieluma

- ◆ Ja atgrūšanas potenciāls ir lielāks nekā pievilkšanas potenciāls, tad suspensija ir agregatīvi stabila. Tad neveidojas potenciāla bedre. Ja potenciāla barjeras vērtība $\Phi_{max} > 15 - 25 k_B T$, tad dispersija ir agregatīvi stabila.

- ◆ Ja atgrūšanas un pievilkšanas potenciāli ir salīdzināmi, tad veidojas viena vai divas potenciālas bedres: primārais un sekundārais minimums. Flokulāciju veidošanās atbilst daļiņu mijiedarbības stāvoklim, kad tie atrodas attālumos, kas atbilst primāram vai sekundāram minimumam. Šeit var būt divi gadījumi:
 - 1) $\Phi_m \geq 1,5kT$, šajā gadījumā notiek lēna flokulācija
 - 2) $\Phi_m < 1,5kT$, šajā gadījumā - ātra flokulācija.
- ◆ Ja pievilkšanas spēki ir lielāki par atgrūšanas spēkiem un nav potenciāla barjeras. Šajā gadījumā notiek ātra flokulācija [10, 612.-616., 632.-639. lpp., 12, 127.-142. lpp].

Daļiņu kopējās koncentrācijas atkarība no laika ātrās vai lēnās koagulācijas gadījumā. Visos gadījumos flokulācijas sākumu, kad suspensija sastāv tikai no primārām daļiņām un nav flokulu daļiņu, koncentrāciju apraksta otrās kārtas vienādojums:

$$\frac{1}{N(t)} - \frac{1}{N_0} = kt \quad (1.29)$$

kur t – laiks no agregācijas sākuma, k – reakcijas konstante, N_0 daļiņu koncentrācija, kad $t=0$, $N(t)$ – daļiņu kopkoncentrācija paejot laikam t . Ar daļiņu kopkoncentrāciju saprot monomēru, dimēru, trimēru utt. koncentrāciju summu [16, 636.-639. lpp., 39, 255. lpp.].

Ātrās flokulācijas reakcijas konstante. Ātrā flokulācija ir flokulācija, kuras ātrumu nosaka difūzijas ātrums, kuru nosaka siltumkustība. Ātrās flokulācijas gadījumā:

$$k = k_a = \frac{8}{3} \cdot \frac{k_B T}{\eta} \quad (1.30)$$

kur k_a – ātrās koagulācijas konstante, k_B – Bolcmana konstante, η dispersās vides viskozitāte, T – absolūta temperatūra. Šo formulu izveda Smoluhovskijs, ta tika izvesta integrējot Fika likumu [10, 636.-639. lpp.].

Lēnās flokulācijas reakcijas konstante. Lēna flokulācija ir flokulācija, kuras ātrumu noteic difūzijas ātrums siltumkustības dēļ un potenciālā barjera, t.i. ne katras siltumkustības dēļ izraisītā sadursme izraisa daļiņu savienošanos.

Lēnās flokulācijas gadījumā

$$k = k_l = W \cdot k_a \quad (1.31)$$

kur

$$W = 2R \int_{2R}^{\infty} \exp\left(\frac{\Phi(r)}{k_B T \cdot r^2}\right) dr \approx \frac{2\sqrt{\pi}R}{r_m^2 \rho} \exp\left(\frac{\Phi_m}{k_B T}\right) \quad (1.32).$$

Literatūrā atrodams vienkāršāks vienādojums:

$$W \approx \frac{1}{2 \kappa R} \exp\left(\frac{\Phi_m}{k_B T}\right) \quad (1.33)$$

kur Φ_m – spēka potenciāla maksimums, W – stabilitātes attiecība, R – daļiņu rādiuss, π – pī skaitlis.

Šīs formulas izvedums balstās uz tā, ka difūzijas ātrumu nosaka divu ātrumu, kas darbojas starp daļiņām kopsummā, difūzijas ātruma un to, kuru izraisa potenciāls pēc Stoksa vienādojuma,

pir $\left(\frac{\partial^2 \Phi}{\partial r^2}\right)$ vērtība potenciālas enerģijas maksimuma punktā, κ^{-1} – Debaja garums.

[10, 640.-644. lpp., 38, 142.-144. lpp., 39, 144., 258. lpp, 25, 231.,240. lpp].

Potenciālā enerģija starp punktiem vājumā. Mijiedarbība var būt elektrostatiska, Van der Vālsa ūdeņraža saites, elektronu mākoņu atgrūšana (Borna atgrūšanās spēki).

$$\Phi = \Phi_W + \Phi_E + \Phi_H + \Phi_S + \Phi_B \quad (1.34)$$

kur Φ_W – Van der Vālsa spēku potenciāls, Φ_E – elektrostatisku spēku potenciāls, Φ_H – ūdeņraža spēku potenciāls, Φ_S – steriski spēku potenciāls, kurus izraisa adsorbētais uz daļiņu virsmas polimērs, Φ_B – Borna potenciāls.

$$\Phi_W = \Phi_D + \Phi_L + \Phi_K \quad (1.35)$$

,kur Φ_D – Debaja spēku potenciāls, Φ_L – Londona spēku potenciāls, Φ_K – Kīsoma spēku potenciāls [10, 611.-654. lpp, 38, 127.-141. lpp., 39, 205.-206.,369. lpp., 25, 239. lpp].

1.7. tabula

Van der Vālsa potenciāla starp diviem punktiem komponenti ja $x \ll \lambda$

	Potenciāls raksturvienādojums	Mainīgie
Debaja potenciāls	$\Phi_D = \frac{-1}{(4 \pi \epsilon_0)^2} \cdot 2 \alpha_{0,1} \mu_1^2 \cdot x^{-6}$	ϵ_0 – vakuuma dielektriska konstante, $\alpha_{0,1}$ – polarizējamība, μ_1 – dipolmoments, x – attālums starp punktiem, π – pī skaitlis, h – Planka konstante, ν_1 – Londona frekvence, λ – Londona viļņa garums
Kesoma potenciāls	$\Phi_K = \frac{-1}{(4 \pi \epsilon_0)^2} \cdot \frac{2 \mu_1^4}{3 k_b T} \cdot x^{-6}$	
Londona potenciāls		

	$\Phi_L = \frac{-1}{(4\pi\epsilon_0)^2} \cdot \frac{3h\nu_1\alpha_{0,1}^2}{4}$	
--	--	--

Ja $x \gg \lambda$, tad notiek retardācija un

$$\Phi_L = \frac{-1}{(4\pi\epsilon_0)^2} \cdot \frac{23hc\alpha_0^2}{8\pi^2} \cdot x^{-7} \quad (1.36).$$

Borna potenciāls:

$$\Phi_B = \zeta x^{-12} \quad (1.37).$$

[10, 611.-654. lpp, 38, 127.-141. lpp., 39, 205.-206., 369. lpp., 25, 239. lpp].

Potencialā enerģija starp galīga izmēra ķermeņiem vakuumā.

1.8. tabula

Potencialā enerģija starp ķermeņiem, ja $\Phi_K \approx \Phi_{KE}$ un $\psi = \frac{4kTY_0}{ze} \exp\left(\frac{-x}{\kappa^{-1}}\right)$

		Mainīgie
Divi bezgalīgi bloki	$\Phi_{EK} = 64c_0k_B T Y_0^2 \kappa^{-1} \exp(-\kappa x)$	kur κ^{-1} – Debaja garums, c_0 , Y_0 , R – daļiņu rādiuss, π – pi skaitlis, x – attālums starp daļiņu virsmām
Vienāda rādiusa sfēras	Derjagina tuvinājums: $\Phi_{EK} = 64\pi R c_0 k_B T Y_0^2 \kappa^{-2} \exp(-\kappa x)$	

Šo vienādojumu izvedums balstās potenciāla starp divām plaknēm vienādojuma, un līdz ar to ietvēra to pieņēmumus [10, 703.-716., 39, 242.-249. lpp., 25, 214. lpp.].

Izteiksmes potenciāliem starp ķermeņiem atšķirās no izteiksmēm, kas apraksta potenciālu starp punktiem, tos iegūst veicot integrēšanu un izmantojot potenciāla starp punktiem formulas.

1.9. tabula

Potencialā enerģija starp diviem ķermeņiem, ja $x \ll \lambda$ un $\Phi_K \approx \Phi_{KW}$

Pieņēmums	Raksturvienādojums	Mainīgie
Ķermeņi ir divi bezgalīgi bloki	$\Phi_{WK} = \frac{A}{12x^2}$	x – attālums starp blokiem, s – attālums starp sfēras virsmām,
Ķermeņi ir divas sfēras, kurām	$\Phi_K = \frac{AR}{12s}$	R – to rādiuss,

$R_1 = R_2 \ll s$		A – Hamakera konstante
Ķermeņi ir divas sfēras, kurām $R_1 = R_2 \gg s$	$\Phi_K = \frac{16 A R^6}{9 s^6}$	

Ja $x \gg \lambda$, tad notiek retardācija un potenciālās enerģijas vienādojumi kļūst sarežģītāki.

Šeit

$$A = \left(\frac{\rho N_A \pi}{M} \right)^2 \beta \quad (1.38)$$

kur A – Hamakera konstante, kur

$$\beta = \frac{-1}{(4\pi\epsilon_0)^2} \cdot \left(2\alpha_{0,1}\mu_1^2 + \frac{2\mu_1^4}{3k_bT} + \frac{3h\nu_1\alpha_{0,1}^2}{4} \right) \quad (1.39)$$

Potenciālā enerģija vākumā nevar atbilst atgrūšanai [39., 208.-215. lpp., 40, 266.-269. lpp., 10, 628.-648., 25, 214.-217. lpp., 39, 230., 249. lpp.].

Potenciālā enerģija starp galīga izmēra ķermeņiem vidē, kura nav vākums.

Ja starp daļiņām darbojas tikai Van der Vālsa spēki, pievilšanas potenciālo enerģiju vākumā starp divām sfērām (blokiem), pie pieņēmuma, ka citi spēki ir vienādi ar nulli apraksta:

Ja $\Phi \approx \Phi_{KW}$, tad

$$\Delta \Phi = \Phi_{11} + \Phi_{22} - 2\Phi_{12} \quad (1.40)$$

, un

$$\Phi_{12} \approx \sqrt{\Phi_{11}\Phi_{22}} \quad (1.41)$$

kur Φ_{11} , Φ_{22} , Φ_{12} ir potenciāli vākumā: starp divām sfērām (blokiem) no materiāla 1, starp divām sfērām (blokiem) no materiāla 2, starp sfērām (blokiem) viena no kuriem ir 1 bet otra no 2 materiāla.

Potenciālā enerģija vidē, kura nav vākums, var atbilst atgrūšanai starp daļiņām, tātad, pielāgojot dispersās fāzes īpašības, var stabilizēt dispersiju [10, 654. lpp., 25, 218.-219. lpp.].

Virsmas spraigums. Ja runa ir par diviem bezgalīgiem blokiem, un $\Phi_K \approx \Phi_{KW}$ un $x \ll \lambda$, tad

$$2\sigma = \frac{A}{12\pi} \cdot \frac{1}{x_0^2} \Leftrightarrow A = 24\pi\sigma x_0^2 \quad (1.42)$$

Ja runa ir par diviem bezgalīgiem blokiem, un $\Phi_K \approx \Phi_{KL}$ un $x \ll \lambda$, tad

$$A = \frac{4\pi}{1.2} \sigma^d x_0^2 \quad (1.43)$$

,kur σ^d – virsmas spraiguma Londona spēku komponents, π – pī skaitlis

Vismas spraigums starp diviem ķermeņiem:

$$\sigma_{12} = \sigma_{11} + \sigma_{22} + 2\sqrt{\sigma_{11}^d \sigma_{22}^d} + 2\sqrt{\sigma_{11}^p \sigma_{22}^p} \quad (1.44)$$

kur σ_{11} pirmās vielas virsmas spraigums, σ_{22} - otrās vielas virsmas spraigums,

σ_{12} - pirmās un otrās vielas robežas virsmas spraigums

Virsmas sparigumu var sadalīt komponentēs:

$$\sigma = \sigma_D + \sigma_K + \sigma_L + \sigma_H \quad (1.45)$$

,kur σ_D , σ_K un σ_L – virsmas spraiguma Debaja, Kīsoma un Londona komponents.

Kohēzijas enerģija ir saistīta ar virsmas spraigumiem:

$$W_{coh} = \sigma_{11} + \sigma_{22} - \sigma_{12} \quad (1.46)$$

[10, 650.-653., 341.-343., 314.-317. lpp., 41, 121.-124. lpp., 42, 17. lpp.].

Kritiskā koagulācijas koncentrācija (CCC) ir minimāla elektrolīta jona, kas ir pretjona, attiecība pret daļiņu, kas ir jāpievieno, lai izraisītu koagulāciju. Literatūrā ir sastopami divi ļoti līdzīgi vienādojumi, kuri sasaista CCC ar Hamakera konstanti. Pirmajā pieņem, ka daļiņas ir bezgalīgas lādētas plaknes, otrajā – ka daļiņas ir sfēriskas un attālums starp virsmām ir daudz mazāks par daļiņu rādiusiem. Abu CCC vienādojumu izvedums balstās uz

$$\begin{cases} \Phi = \Phi_{KE} + \Phi_{KW} \\ d\Phi_K = 0 \end{cases} \quad (1.47)$$

Atrisinot šo vienādojumu attiecībā pret κ un izteicot caur elektrolīta koncentrāciju c_0 iegūst kritiskās koagulācijas koncentrācijas izteiksmi.

$$ccc = \frac{9,84 \cdot 10^4 \varepsilon^3 k_B^5 T^5 Y^4}{N_A e^6 A_{121}^2 z^6} \quad (1.48)$$

kur ε dispersās vides, e – elektrona lādiņš, A_{121} – Hamakera konstante dispersai fāzes dispersajā vidē, z – 1:1 elektrolīta jonu valence, T – absolūtā temperatūra, Y – lielums no Gui-Čapmana teorijas [39, 151. lpp., 10, 703.-716. lpp.].

Šī CCC vienādojuma izvedumā pieņem, ka:

- 1) Daļiņas sāk koagulēt, kad potenciālās barjeras augstums ir nulle, nevis $1,5k_B T$.

2) Daļiņas ir vienāda rādiusa lādētas sfēras, nevis bezgalīgas paralēlas plaknes (var izvest ļoti līdzīgu vienādojumu, pieņemot, ka daļiņas ir bezgalīgi lielas lādētas plaknes).

3) $H \ll R$ attālums starp daļiņu virsmām ir daudz mazāks par daļiņu rādiusiem [39, 151. lpp., 10, 703.-716. lpp., 25, 226.-227. lpp.].

1.7. Zeta potenciāls un tā saistība ar agregatīvo stabilitāti

Elektriskais potenciāls apkārt daļiņai. Potenciālu apkārt koloidālām daļiņām apraksta Bolcmana-Puasona diferenciālvienādojums. Viss, kas tālāk būs teikts par potenciālu apkārt daļiņām, ir šī vienādojuma atrisinājumi dažādos kontekstos un ar dažādiem tuvinājumiem.

Elektrisku potenciālu apkārt daļiņai apraksta, pieņemot vai, ka tā ir bezgalīgi liela lādēta plakne, vai – sfēra. Ja pieņem, ka daļiņa ir bezgalīga lādēta plakne, potenciālu apkārt daļiņai apraksta vienādojums

$$Y(\psi) = Y(\psi_0) \exp\left(\frac{-x}{\kappa^{-1}}\right) \quad (1.49)$$

kur

$$Y(\psi) = \frac{\exp\left(\frac{ze\psi}{2k_B T}\right) - 1}{\exp\left(\frac{ze\psi}{2k_B T}\right) + 1} \quad (1.50)$$

[39, 236 lpp, 10, 687.-690., 700., 741.-743. lpp., 25, 178.-181. lpp.].

Praksē izmanto Puasona-Bolcmana diferenciālvienādojuma atrisinājumu tuvinājumus.

1.10. tabula

Elektriskais potenciāls apkārt lādētai daļiņai neņemot vērā Šterna teoriju

Daļiņu forma	Pieņēmums	Raksturvienādojums	Mainīgie
Divi bezgalīgi bloki	$ze\psi < kT$	$\psi = \psi_0 \exp\left(\frac{-x}{\kappa}\right)$	ψ_0 – virsmas elektriskais potenciāls,

	Attālums līdz daļiņai x ir liels:	$\psi = \frac{4k_B T}{ze} Y(\psi_0) \exp\left(\frac{-x}{\kappa^{-1}}\right),$ kur $Y(\psi) = \frac{\exp\left(\frac{ze\psi}{2k_B T}\right) - 1}{\exp\left(\frac{ze\psi}{2k_B T}\right) + 1}$	ψ virsmas elektriskais potenciāls attālumā x no daļiņas virsmas, κ^{-1} – Debaja garums – tas raksturo difūzā slāņa biezumu, π – pī skaitlis, k_B – Bolcmana konstante, T – absolūta temperatūra, R – daļiņas rādiuss, r – attālums no daļiņas, centra, x attālums no plaknes virsmas, q – daļiņas lādiņš, ε – dielektriska konstante, x – attālums no daļiņas, virsmas līdz punktam, kuru noteic ψ , z - 1:1 elektrolīta lādiņš, e – elektrona lādiņš.
Sfēriskas	$ze\psi < kT$	$\psi = \frac{R\psi_0}{r} \exp[-\kappa(r-R)]$	
Sfēriskas	Ja ir bezgalīgs atšķaidījums, t.i. $\kappa = 0$	$\psi = \frac{q}{4\pi\epsilon r} *$	
Sfēriskas		Skaitliski integrējot $\nabla^2 \psi = \frac{2zec_0}{\epsilon} \sinh^{-1} \frac{ze\psi}{k_B T}$	

*Šis vienādjums tika izvests no Kulona likuma

Ja ņem vērā **Šterna slāņa eksistenci**, tad ψ_0 vietā izmanto $\psi_d \approx \zeta$ un attālumu x atskaita no Šterna slāņa nevis no daļiņas virsmas [39, 236. lpp., 10, 687.-690., 700., 741.-743. lpp., 25, 178.-181. lpp.].

Šterna potenciālu var aprēķināt zinot Langmuira adsorbcijas konstanti. Šeit tiek pieņemts, ka daļiņa ir bezgalīgi liela lādēta plakne

$$\frac{\psi_0 - \psi_\delta}{\delta} = \frac{1}{\epsilon_\delta} \frac{\sigma_{\delta 0} K c_0}{1 + K c_0} \quad (1.51).$$

Ja daļiņu virsma uzvedās, ka atgriezenisks elektrods, ka tas ir AgCl daļiņām, tad

$$\psi_0 = \frac{k_B T}{e} \ln\left(\frac{c}{c_{zp}}\right) \quad (1.52)$$

,kur c_{zp} un c – elektrolīta koncentrācija un elektrolīta nulleslāņa koncentrācija [25, 181. lpp., 25, 186. lpp.].

Zeta potenciāla atkarība no elektrolīta koncentrācijas. Zeta potenciāla vērtību apraksta Henrija vienādojums.

$$\zeta = \frac{u \eta}{f(\kappa R) \varepsilon} \quad (1.53)$$

, kur η – šķīdinātāja viskozitāte, u – daļiņu elektroforētiska mobilitāte, ε – šķīdinātāja dielektriska konstante, $f(\kappa R)$ – konstante, kura ir atkarīga no κR , R – daļiņas rādiuss,

$$\kappa = \left(\frac{2000 e^2 N_A I}{2 k_B T} \right) \quad (1.54)$$

kur N_A – Avogadro skaitlis, k_B – Bolcmana konstante, T – absolūta temperatūra, I – jonu spēks.

Konstantes $f(\kappa R)$ vērtības atrod šādi:

1) Ja $\kappa R > 0,1$, tad $f(\kappa R) = \frac{2}{3}$ un iegūst Hūkeļa zeta potenciāla vienādojumu.

2) Ja $\kappa R > 100$, tad $f(\kappa R) = 1$ un iegūst Helmholca-Smoluhovsa zeta potenciāla vienādojumu.

Šis vienādojums balstās uz Gui-Čapmana teoriju un šādiem tuvinājumiem:

1) Hūkeļa pieņēmums $ze\psi < kT$. Šis pieņēmums neizpildās elektrostātiski stabilizētam daļiņām.

2) Daļiņas ir sfēriskas (nevis bezgalīgi lieli bloki).

Abus vienādojumus vispārina Henrija vienādojums:

$$\zeta = \frac{2\varepsilon}{3\eta u} \left(1 + \frac{1}{16} (\kappa R)^2 - \frac{5}{48} (\kappa R)^3 - \frac{1}{96} (\kappa R)^5 - \left[\frac{1}{8} (\kappa R)^4 - \frac{1}{96} (\kappa R)^6 \exp(\kappa R) \right] \int_{\infty}^{\kappa R} \frac{\exp(-t) dt}{t} \right) \quad (1.55)$$

[10, 754. lpp., 15, 196. lpp.].

Fosfātjonu adsorbcija uz ZrO_2 daļiņām. Fosfātjonu adsorbcija uz ZrO_2 virsmas ilgst 8–10 stundas. Adsorbcija var notikt vai nu caur iekšējās sfēras kompleksa veidošanos vai nu caur ārējās sfēras kompleksa veidošanos. Pirmajā gadījumā veidojas kovalentas saites starp adsorbātu

un adsorbentu, otrajā – pastāv tikai Kulona pievilkšana. Fosfātu un ZrO_2 gadījumā notiek adsorbcija caur iekšējās sfēras kompleksa veidošanos. pH un jonu spēks būtiski ietekme uz fosfātjonu adsorbciju. Bāziskajā vidē notiek fosfātjonu desorbcija no ZrO_2 . Fosfātjonu adsorbciju uz ZrO_2 virsmas labi apraksta Langmuira vienādojums. Fosfātjonu adsorbcija notiek aizvietojot uz ZrO_2 esošās hidroksilgrupas. Fosfātjoni adsorbējas ja vides pH ir mazāk par 6, ja tā ir bāziska, tad notiek desorbcija [43, 44].

Fosforskābes pievienošana izsauc ZrO_2 daļiņu lādiņa apgriešanu, t.i. skābajā vidē ZrO_2 ir jābūt pozitīvi lādētiem, bet skābajā vidē fosfātu klātbūtnē tie kļūst negatīvi lādēti. ZrO_2 ir labs fosfātu adsorbcijas kapacitāte, iespējams sasniegt adsorbcijas kapacitāti 53 mg/g vai 99 mg/g [46, 43, 47].

1.8. ZrO_2 īpašības

ZrO_2 īpašības var būt būtiski atkarīgas no tā pagatavošanas ceļa. ZrO_2 var būt tetragonālais, kubiskais, monoklīnais un amorfais, un tiem var būt jaukts fāžu saturs. Lai stabilizētu tetragonālo fāzi, tai var būt pievienoti Y_2O_3 , SO_4^{2-} vai PO_4^{3-} . Daļiņas var būt iegūtas dažādos ar hidrotermālo metodi, izmantojot dažādas iegūšanas reakcijas. Daļiņas uzreiz pēc mitras iegūšanas var tikt izkarsētas. Izkarsētajām daļiņām var būtiski mainīties poru virsmas laukums un fāze. Nav skaidrs vai tas neietekmē zeta potenciālu [44, 48].

Lai stabilizētu suspensiju, pievieno skābi, VAV vai polimēru. Ir iespējams iegūt ZrO_2 suspensijas, kurai zeta-potenciāls ir pēc moduļa lielāks par 25 mV un sasniegt 65 mV, tātad atbilst elektrostātiski stabilizētai suspensijai [44, 48, 64, 47, 45].

Tas kāds ir daļiņu izmērs ir atkarīgs no ZrO_2 pagatavošanas ceļa, sonificēšanas, kāda veida ZrO_2 tika modificēts un citiem faktoriem, ir iespējams pagatavot daļiņas kuru izmērs ir ap 27 nm [64].

1. Avota [46] ZrO_2 ar fosfātjonu piedevi tika pagatavots šādi:

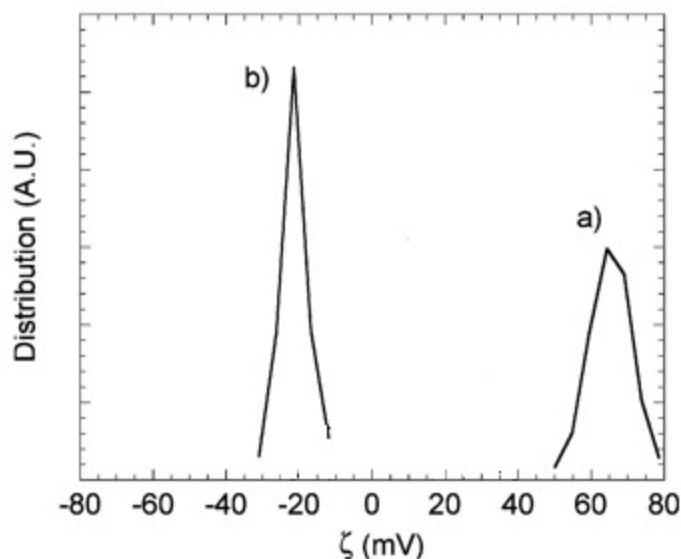
- 1) 20 mL 16% Zr cirkonija acetāta šķīdumu atšķaidīja ar 19 mL dest. H_2O un 25 mL etiķskābes.
- 2) Šķīdumu 3 stundas sildīja autoklāvā 170 °C temperatūrā.
- 3) Solu secīgi centrifugēja un izkļiedēja ūdenī līdz supernatants ir brīvs no cirkonija joniem.

4) ZrO_2 netika kalcinēts

5) Iegūtais ZrO_2 tika vārīts 4 stundas ar H_3PO_4 . No publikācijas nav skaidrs, kāds bija tā maisījuma sastāvs, kurā iegūtais ZrO_2 tika izmantots zeta potenciāla eksperimentā.

6) ZrO_2 centrifugēja un skaloja līdz supernatans nesatur fوسفātjonus. No publikācija **nav skaidri, ka paraugu pagatavoja zeta potenciāla analīzei**, fosforskābe netika pievienota, pats ZrO_2 saturēja fosfātus un vide $pH=3.2$.

Ieguva šādus rezultātus.



1.2. att. Zeta potenciāls ZrO_2 bez piedevas un ar fosfātu piedevu kur a) zeta potenciāls ZrO_2 bez fosfātiem, ja $pH=3.4$ un b) Zeta potenciāls ZrO_2 ar fosfātiem, ja $pH=3.2$.

Tika izdarīts secinājums, ka fosfātu piedeva maina ZrO_2 lādiņu uz pretējo.

2. Avotā [47] ZrO_2 pagatavoja šādi.

1) 0,035 mol $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ izšķīdināja 20 mL dejonizētās ūdens. 5 minūtes maisīja. Lēnam pievienoja 25% NH_3 ūdens šķīdumu līdz kopējais tilpums sasniedza 70 mL. Maisīja 5 min.

2) Autoklavēja 3h 150 °C. Temperatūrā. Atdzesēja, nfiltrēja. Skaloja ar centrifūgas palīdzību līdz neitrālai videi un līdz nepaliek Cl^- pēdu.

3) Nogulsnes žāvēja 110 °C 8 stundas un samalts smalkajā pulverī.

Paraugu zeta potenciāla noteikšanai pagatavoja šādi.

1) Pie 250 mL fosfāta šķīduma ar koncentrāciju 5mg/L tika pievienots ZrO_2 ta, lai tā koncentrācija būtu 0,1 g/L. Ar Hcl un NaOH tika mainīts pH līdz vajadzīgai vērtībai.

2) Tika noteikt zeta iegūto šķīdumu potenciāli uzreiz un pēc tam, kad iestāsies adsorbcijas līdzsvars.

Ieguva šādus rezultātus:

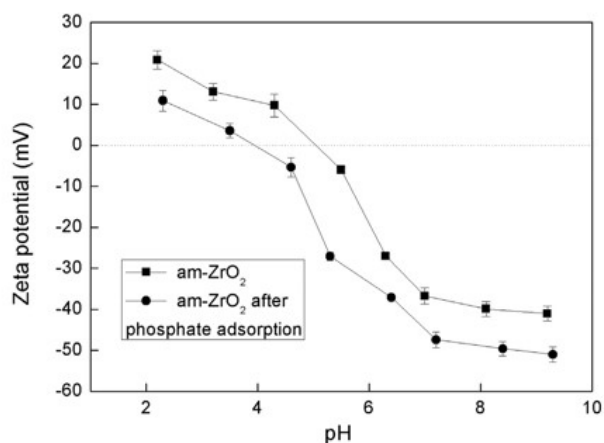


Fig. 4 – Zeta potential of am-ZrO₂ nanoparticles before (■) and after phosphate adsorption (●) with initial phosphate concentration at 5 mg/L, adsorbent dose at 0.1 g/L, and pH 6.2.

1.3. att. Zeta potenciālas atkarība no pH ZrO₂ dispersijai uzreiz pēc fosfātu pievienošanas un pēc adsorbcijas līdzsvara iestāšanās

IEP=5,0 tīram ZrO₂, ZrO₂ fosfātu klātbūtnē (5 mg/L) IEP =3.9.

Tika izdarīts secinājums, ka IEP izmaiņas liecina, ka fosfāti veido iekšējās nevis ārējās sfēras kompleksu ar ZrO₂ daļiņu virsmu, to apstiprina citas metodes (FTIR, XPS, fosfātu adsorbcijas dati), notiek ZrO₂ virsmas OH grupu aizvietošana ar fosforskābes atlikumiem.

3. Avotā [50] ZrO₂ ar PEG-8000 piedevu gatavoja šādi.

1) ZrO₂ pagatavoja ZrO(NO₃)₂ un PEG-8000 dispersanta ūdens-etanola šķīdumam lēnām pievienojot NH₃ šķīdumu. Sildīja 80 °C temperatūrā. PH tika izlabots līdz 9pH.

2) Filtrēja, mazgāja ar etanolu, žāvēja 100 °C 2h, kalcinēja 550 °C 4h.

ZrO₂ paraugu pirma zeta potenciāla pagatavoja šādi.

1) ZrO₂ suspensiju izkļiedēja ūdenī, pievienoja NaOH vai HCl līdz noteiktam pH.

2) Sonificēju, un izturēja 24 stundas. Zeta potenciālu noteica 25 °C temperatūrā

3) Vienam paraugam nepievienoja, otram pievienoja SDS. Tika pievienots tāds SDS daudzums, lai iegūtajā šķīdumā tā koncentrācija būtu 10%. Noteica zeta-potenciālu.

Ieguva šādus rezultātus.

25°C temperatūrā $pH_{PZC} = 6,47$.

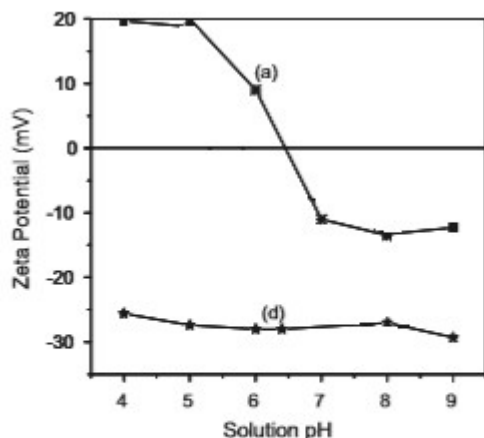


Fig. 7. The zeta potential of the nano ZrO_2 at (a) 25 °C, (d) zeta potential of nano ZrO_2 in the aqueous solution containing SDS.

1.4. att. Zeta potenciāla atkarība no pH ZrO_2 bez piedevām un ar SDS piedevu

Tika izdarīts šāds secinājums. ZrO_2 zeta potenciāla zīmes maiņa uz pretējo tika izskaidrota ar dubulto fāzes inversiju: SDS piesaistās elektrostātiski, SDS otrais slānis piesaistās hidrofobās mijiedarbības dēļ.

4. Avotā [51] ZrO_2 tika pagatavots šādi. Tika izmantots gatavs Tosoh Corp ZrO_2 nanopulveris ar daļiņu TEM diametru 25-60 nm un BET virsmu 16,0 m²/g.

ZrO_2 paraugu pirma zeta potenciāla pagatavoja šādi.

1) Tika pagatavoti vairāki ZrO_2 ūdens dispersiju paraugu, katra parauga tilpums bija 120 mL. Tika pagatavotas trīs paraugu sērijas.

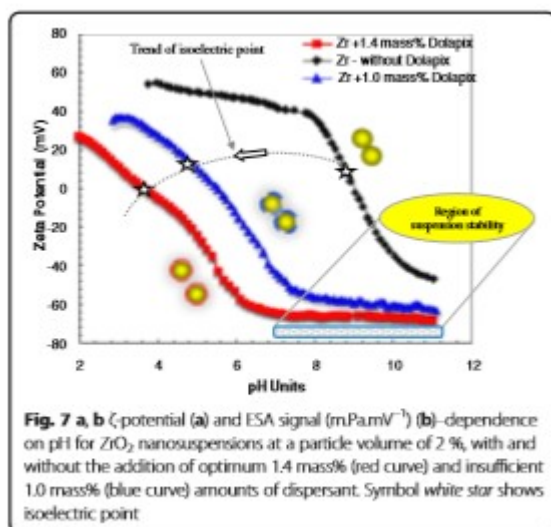
2) Paraugu sēriju zeta potenciāla atkarības no pH noteikšanai gatavot šādi. Tika pievienots 2% ZrO_2 un 0, 1,0 vai 1,4% Delopax 64E dispersanta.

3) Paraugu sēriju zeta potenciāla atkarības no pH pagatavoja šādi. Pievienoja 77 masas % ZrO_2 un 0,6-1,6% dispersanta.

4) Paraugu sērijai, kura noteica zeta potenciāla atkarību no dispersanta koncentrācijas tika pievienots 77 masas % ZrO_2 un 0,9-1,5 masas % dispersanta.

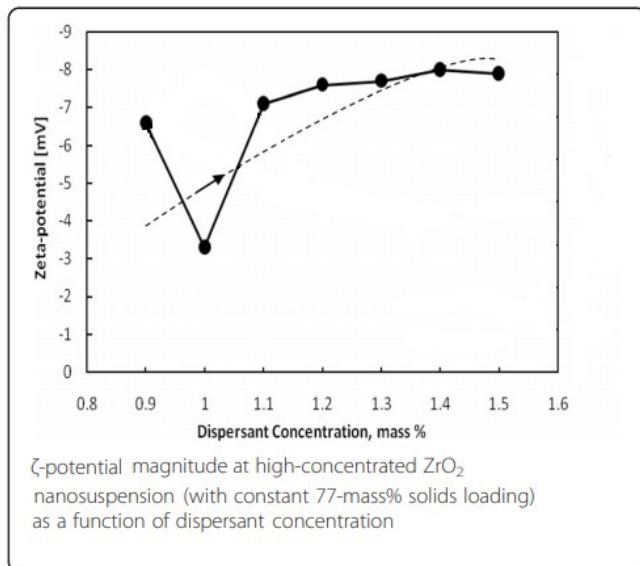
5) Paraugus samala malšanas burkā, pievienojot 100 g 3-8 mm malšanas lodes no cirkonija oksīda. Paraugus samala planetārajā malšanas miltī 30 minūšu laikā, ar ātrumu 500 rpm. Paraugus atdzesēja līdz 23 °C un degazēja vājumā. Sonificēja ar jaudu 200W, 5 min, degazēja un atkal sonificēja 5 min.

Ieguva šādus rezultātus.



1.5. att. Zeta potenciāla atkarība no pH ZrO_2 bez piedevām un ar 1,0 un 1,4 % Delopax CE64 dispersanta piedevu

$\text{pH}_{\text{PZC}} = 8,96$ suspensijai bez dispersanta, $\text{pH}_{\text{PZC}} = 4,83$ un $3,61$ ja pievieno 1.0 masas% un 1,4 masas % Delopax 64E dispersanta atbilstoši.



1.6. att. Zeta potenciāla atkarība no dispersanta Delopax CE64 piedevas masas daļas

Izdarija šādus secinājumus. Atšķaidītām dispersijām pH_{PZC} nobīdās uz mazākām vērtībām pievienojot jo vairāk dispersanta. pH_{PZC} nobīde liecina, ka ZrO_2 adsorbē negatīvi lādēto dispersantu uz savas virsmas.

Koncentrētām dispersijām, jo palielinoties dispersanta masas daļiņai līdz 1,4% zeta potenciāls pēc absolūtās vērtības pieaug. No zeta potenciāla atkarības no dispersanta koncentrācijas dara secinājumu, ka 1,4% dispersanta ir optimālai daudzums, to apstiprina viskozitātes eksperimenta dati.

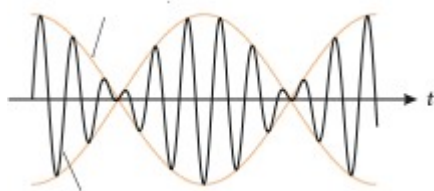
5. Kopsavilkums:

- Skābajā vidē ZrO_2 bez piedevām zeta potenciāls ir pozitīvs un var sasniegt 60 mV, kas atbilst elektrostatiski stabilizētai agregatīvi stabīlai dispersijai.
- ZrO_2 isoelektriskais punkts var būt būtiski atkarīgs no pievienotas piedevas. ZrO_2 isoelektriskais punkts ir atkarīgs no ZrO_2 (bez piedevas) pagatavošanas ceļa. Līdz ar to pH-zeta-potenciāls līknes forma ir atkarīga no ZrO_2 pagatavošanas ceļa.
- Fosfatjonu klatienē skābā vidē ZrO_2 zeta potenciāls ir negatīvs, ir jāuzgaida kamēr norisināsies fosfātjonu adsorbcijas līdzsvars, tas var aizņemt 10-8 stundas.
- ZrO_2 samazina gan fosfātjonu koncentrāciju, gan H^+ jonu koncentrāciju, un to daudzumi ir vienādi. Var uzskatīt, ka ZrO_2 samazina fosforskābes koncentrāciju šķīdumā.

- Anjonu dažas VAV piedevas var pazemināt ZrO_2 , līdz ar to noteiktos apstākļos palielina ZrO_2 agregatīvo stabilizāciju elektriskas stabilizēšanas ceļā. Monovalentie anjonu VAV var mainīt pozitīvi lādēto daļiņu lādiņu uz pretējo, tie adsorbējas dubultinversijas ceļā. Vienskābie anjonu VAV var būt izmantoti ZrO_2 elektrostatiskai stabilizēšanai.
-

1.9. Hidrodinamiskā diametru un zeta potenciāla noteikšanas pamatprincipi

Sišanās parādība. Ja vienam staram frekvence ir f_1 un otram f_2 , tad rezultējošā stara amplitūda svārstās ar frekvenci $f_3=f_1-f_2$.



1.7. att. Sišanās parādība: atšķirīgu frekvenču viļņi saskaitās un iegūst viļņi, kura intensitāte svārstās [52].

Tātad noteikt mazas gaismas frekvences starpības var mērot intensitātes svārstīšanās frekvenci. Šo metodi izmanto mazo frekvenču starpību noteikšanai [54, 3.-12. lpp., 54, 21, 23 lpp, 15, 85.-86. lpp.].

Doplera efekts un daļiņu izmērs. Viela sastāv no lādētām daļiņām. Ja lādēta daļiņa tiek apstaroti ar gaismu, tad tā kļūds par gaismas avotu. Ja gaismas avots kustās, tad tam ir novērojama Doplera nobīde, kuru var redzēt uz gaismas intensitāte-cikliska-frekvence grafika. Daļiņas kustību var izraisīt Brouna kustība vai tās kustība elektriskajā laukā. Difūzijas koeficientu var aprēķināt no smailes platuma vidusaugstuma, ātrumu – no smailes nobīdes no $\omega=0$ uz pozitīvo vai negatīvo pusi [23, 3.-13. lpp., 25, 62. lpp.].

Autokorelācijas funkcijas saistība ar daļiņu intensitātes diametriem. Doplera efekta izraisītās frekvences izmaiņas ir ļoti mazas, un to noteikšanai izmanto sišanās metodi. Sišanās

metodi izmanto mazu frekvenču mērīšanai. Ar šīnās metodi iegūst autokorelācijas funkciju, nevis gaismas intensitātes atkarību no cikliskas frekvences, autokorelācijas funkcija ir inversais Furjē pārveidojums no intensitātes atkarības no cikliskas frekvences. No autokorelācijas funkcijas (sakarā ar Vinera-Hintčina teorēmu) var noteikt intensitātes atkarību no cikliskas frekvences un otrādi [16, 5470.-5482. lpp, 39, 45.-47. lpp., 15, 83.-87. lpp., 23, 101.-117. lpp, 53, 54, 1.-12. lpp, 14, 25, 61.-63. lpp.].

No autokorelācijas funkcijas atrod daļiņu diametru intensitātes sadalījumu. No autokorelācijas funkcijas, piemēram, ar kumulantu metodi var atrast norimšanas konstantes Γ sadalījumu $G(\Gamma)$ (vai ta raksturlielumus, tādus ka standārtnovirze un vidējā vērtība), no kura var iegūt iegūt daļiņu diametru intensitātes sadalījumu (vai ta raksturlielumus) , jo starp tiem ir funkcionāla sakarība.

$$\begin{cases} \Gamma = Dq^2 \\ d_h = \frac{k_B T}{3\eta D} \end{cases} \quad (1.56)$$

kur k_B – Bolcmana konstante, T – absolūtā temperatūra, η – viskozitātes koeficients, D – difūzijas koeficients, q – t.s. izkļiedes vektors [16 , 5470.-5482. lpp.,18, 14].

Daļiņu diametru intensitātes sadalījuma raksturlielumu iegūšana no autokorelācijas funkcijas ar kumulantu metodi. Autokorelācijas funkcijai $G^{(2)}$ piemeklē polinomu. No polinoma pirmajiem diviem koeficeintiem a_1 un a_2 (kumulantiem) var atrast polidispersitātes indeksu PDI un intensitātes vidējo diametru d_I , ar šiem diviem skaitliem pietiek, lai atrastu intensitātes diametru sadalījuma funkciju, pie pieņēmuma ka $G(\Gamma)$ ir normāli sadalīta. Tikai pirmos divus kumulantus atrod ar apmierinošu kvalitāti [18, 23, 101.-117. lpp., 14].

$$\begin{cases} \frac{1}{2} \ln(B[G^{(2)}]^2) \approx a_0 - a_1 \tau + a_2 \tau^2 \\ \langle \Gamma \rangle = a_1 \\ PDI = \frac{a_2}{a_1} \end{cases} \quad (1.57)$$

[15, 85.-87.,247.-260. lpp., 18].

Daļiņu sadalījuma raksturlielumu, kuri iegūti ar kumulantu metodi, saistība ar diametru intensitātes sadalījumu.

Izkliedes blīvuma funkcijai visi kumulanti ir vienādi ar nulli neieskaitot pirmos divus tikai ja tā ir normālais sadalījums. Polidispersitātes indeksu un vidējo diametru iegūst no pirmajiem diviem kumulantiem. Tātad raksturojot daļiņu diametrus ar polidispersitātes indeksu un intensitātes vidējo un pieņemot, ka pārējie kumulanti ir vienādi ar nulli, mēs pieņemam, ka diametru intensitātes ir normāli sadalītas, un ir tikai viena smaile[55].

Ja intensitātes atkarībā no daļiņu diametriem ir log-normāli sadalīti. Zinot $G(\Gamma)$ funkcijas polidispersitātes indeksu un intensitātes vidējo diametru ir pietiekams, lai raksturotu diametru intensitātes sadalījumu ar log-normālu sadalījumu. Log-normālam sadalījumam ir tāda īpašība ka visu veidi diametru sadalījumus (intensitātes, svara, tilpuma utt.) log-normālais likumi [21].

Sakarības starp daļiņu intensitātes sadalījuma raksturlielumiem un citiem daļiņu diametru sadalījumu raksturlielumiem, pie pieņēmuma, ka daļiņu diametru intensitātes ir lognormāli sadalītas. Var pierādīt, ka šajā gadījumā izpildās šādas sakarības:

$$d_n = \frac{d_{dls}}{(PDI+1)^5} \quad (1.58)$$

$$d_w = \frac{d_{dls}}{(PDI+1)^2} \quad (1.59)$$

$$d_A = \frac{d_{dls}}{(PDI+1)^3} \quad (1.60)$$

kur d_n , d_w un d_A ir skaita, svara un laukuma vidējie daļiņu diametri.

$$PDI = \sigma^2 \quad (1.61)$$

kur σ daļiņu intensitātes diametru standartnovirze [21].

Daļiņu diametru intensitātes sadalījuma saistība ar citiem daļiņu diametru sadalījumiem. No daļiņu diametru intensitātes sadalījumu var iegūt diametru citus sadalījumus, jo starp sveršanas faktoriem ir funkcionālas sakarības, piemēram:

1) Ja daļiņas ir Releja izkliedētāji, t.i. tās ir mazākas par 30 nm (jo lāzera frekvenci ir ap 600 nm), tad

$$I(d_i, q) \propto d^6 N(d_i) \quad (1.62).$$

Šajā gadījumā:

$$d_I = d_{1/z} = \frac{\sum_i d_i^6 f_i}{\sum_i d_i^5 f_i} \quad (1.63).$$

2) Ja daļiņas ir Debaja izkliedētāji, t.i. mazāk par 300 nm:

$$I(d_i, q) = C_I(d_i, q) N(d_i) \quad (1.64)$$

kur

$$C_I(d, q) = \left(\left(\frac{24}{(qd)^3} \right) \left(\sin \frac{qd}{2} - \frac{qd}{2} \cos \frac{qd}{2} \right) \right)^2 \left(\frac{d}{2} \right)^6 \quad (1.65).$$

3) Ja daļiņas ir Mī izkliedētāji, t.i. lielāki par 300 nm, tad $I(d_i, q) = C_I(d_i, q) N(d_i)$

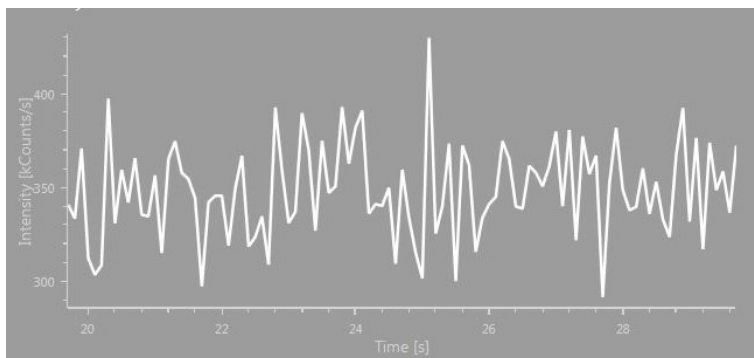
un C_I izteiksme kļūst sarežģītāka un ir jāzin daļiņu gaismas laušanas koeficients.

No sadalījumiem ir iespējams atrast attiecīgos dažāda veida vidējos, piemēram, d_{sv} – laukuma-tilpuma videjo diametru, tātad iegūtos rezultātus var salīdzināt ar rezultātiem iegūtiem ar citām metodēm [56, 53.-58., 57, 80.-81. lpp., 66, 55, 375.-379. lpp.].

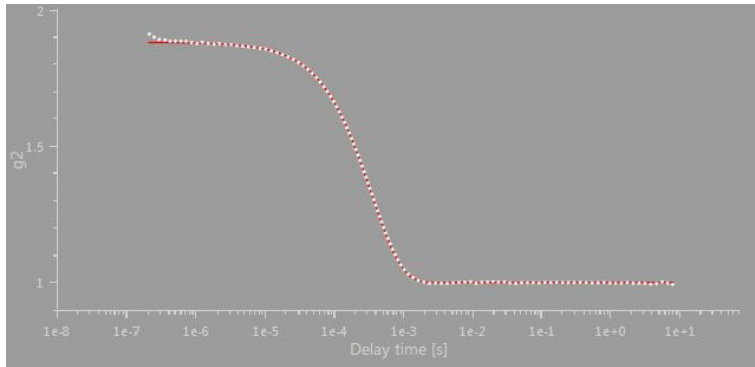
Autokorelācijas funkcijas mērīšana. Lai noteiktu sišanās (beating) un būtu iespējams noteikt autokorelācijas funkciju

$$G^{(2)} = \langle I(t) I(t-\tau) \rangle \quad (1.66)$$

, ir nepieciešams interferēt izkliedēto gaismas staru ar citu staru. Viena no metodēm ir interferēt krītošu staru ar izkliedēto. Ar šādu metodi nevar noteikt daļiņu kustības virzienu. Lai šādu problēmu novērstu, krītošā stara frekvence ar modulātoru palīdzību tiek nobīdīta par 50-100 Hz. Autokorelācijas funkciju (sk. 1.1. att.) nosaka apstrādājot intensitātes maiņu atkarībā (sk. 1.1. att.) no laika ar iekārtu, kuru sauc par korelātoru [58, 68. lpp., 15, 85.-87., 223.-229., 301. lpp., 16, 5470.-5482. lpp., 54, 1.-12. lpp., 14, 61, 6.-8. lpp.].



1.8. att. Gaismas intensitātes atkarība no laika [59, 30.-31. lpp]



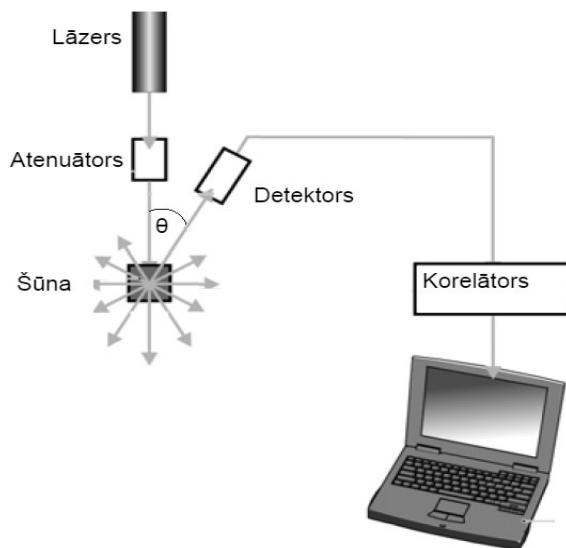
1.9. att. Autokorelācijas funkcija kuru noteica ar korelātoru palīdzību no gaismas intensitātes atkarības no laika (punktūrlinija) un piemeklētā polinoma līkne (sarkana) [59, 30.-31. lpp]

Zeta potenciāla mērīšana. Mērot ELS, mērāmajai šūnai tiek pievadīts spriegums, kas izraisa daļiņu pārvietošanos elektriskajā laukā. Ar ELS metodi var iegūt daļiņu kustības ātrumu, zinot elektriskās šūnas uzbūvi un pievadītās strāvas parametrus, izmantojot formulu $u=v/E$, var noteikt to mobilitāti. No mobilitātes datiem ar Henrija vienādojuma palīdzību var noteikt daļiņu zeta potenciālu [23, 15, 291.-304. lpp].

Kopsavilkums. Balstoties uz koloīdālo daļiņu Brouna kustības parādības izmantojot Doplera efektu un sišanas metodi ar korelātoru palīdzību noteic autokorelācijas funkciju, no tās ir iespējams, piemēram ar kumulantu metodi, iegūt norimšanas laika Γ intensitātes sadalījumu $G(\Gamma)$ (vai tā raksturlielumus tādus, ka vidējā vērtība un standartnovirze), no kura iegūst daļiņu izmēru intensitātes sadalījumu (vai tā raksturlielumus tādus, ka vidējā vērtība un standartnovirze). No daļiņu diametru intensitātes sadalījuma (vai to raksturlielumiem) var iegūt jebkuru citu daļiņu izmēra sadalījumu (vai to raksturlielumus) un atbilstošo vidējo vērtību. Līdzīgā veidā noteic zeta-potenciālu.

1.10. DLS un ELS iekārtu uzbūve

DLS iekārtas uzbūve.

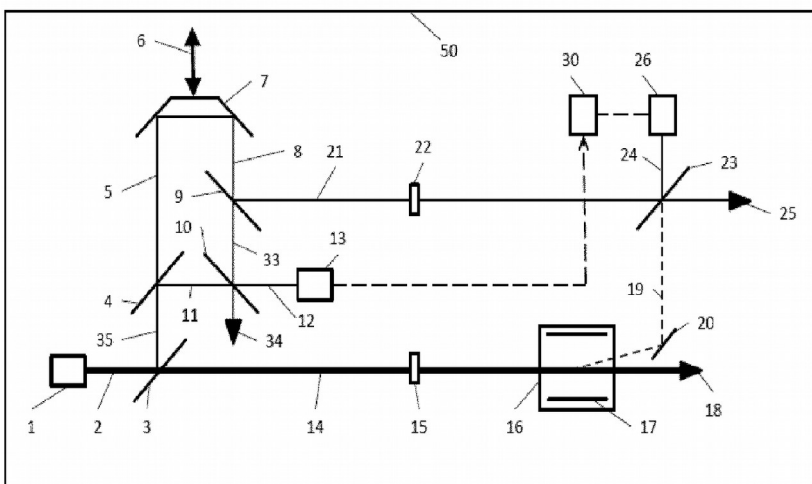


1.10. att. DLS iekārtas vienkāršota shēma [53, 6. lpp.].

Gaismas stars iet caur šūnu, to izkliedē daļiņas. Izkliedētais Gaismas stars tiek sajaukts ar krītošo, rezultātā iegūst staru, kuram fluktuē intensitāte, tas nonāk uz detektora. Detektora signāls tiek apstrādāts ar korelātoru palīdzību, lai iegūtu autokorelācijas funkciju. Datora programma no autokorelācijas funkcijas aprēķina daļiņu difūzijas intensitātes diametru un polidispersitātes indeksu [23, 79.-143. lpp., 15, 225.-239. lpp., 54].

Litelsizer 500 iekārta kā gala rezultātu izdod hidrodinamisku diametru, un to skaita, tilpuma un intensitātes sadalījuma funkcijas [23, 79.-143. lpp., 59].

Nākošā rindkopa tiek citēta ar nelielām izmaiņām no [KdII]:



1.11. att. Litesizer ELS iekārtas principiālā shēma.

“ELS iekārtas sastāvdaļas. 1 lāzers, 2 sākotnējais gaismas, 21 gaismas stars saņemts no modulatora, 19 – gaisma iegūta no parauga šūnas, 3, 4, 9, –stara dalītājs, 10, 23 – staru savienotājs, 15, 22 attenuātori, tie pavājina signāla stiprumu, 16 šūna ar paraugu, 17 platīna elektrodi, 6 - modulators, maina optiskā ceļa garumu, 13 modulatora monitors (modulator monitor), 26 – gaismas detektors, 20 – spogulis, 34, 18, 25 – stara apstājējs (beam stop)[2P.15, KdII].”

Šī shēma ir no patenta, uz kuru atsaucās Litesizer 500 ekspluatācijas instrukcija. Mērīšana notiek līdzīgi, ka DLS iekārtai, ar to atšķirību, ka šūnā ir divi elektrodi.

1.11. Citi ZrO₂ suspensiju raksturošanas paņēmieni

1.11. tabula

ZrO₂ raksturošanas metožu izmantošanas nolūks

Metodes	Ko metode ļauj pateikt par ZrO ₂	Publikācijas
FTIR , XPS metodes un P31 MAS NMR.	Ja tika veikta funkcionalizēšana ar organisku vai neorganisku fosfātu. Tā ļauj pierādīt, ka notika hidroksilgrupu aizvietošana. Var pierādīt, ka adsorbcija notiek caur kovalento saišu veidošanos. Vai adsorbētais dispersants pilnībā izdega. Vai daļiņas ir hidratētas pēc žāvēšanas. Vai visas bāziskas OH grupas ir aizstātas.	[46, 47, 50, 44]

Reometrija, viskozimetrija	Optimālais dispersanta daudzums. Pierādīt agregātu veidošanos.	[51]
ESA metode, ESA+pH automātiska titrēšana	Tā ļauj noteikt zeta potenciālu ZrO_2 koncentrētām suspensijām. Izoelektriskais punkts, optimālais dispersanta saturs.	[45]
zeta potenciāls	No pH- zeta potenciāls atkarības var noteikt izoelektrisku punktu. No izoiletriska punkta izmaiņām var noteikt, vai adsorbcija notiek caur iekšējā vai arī ārējā kompleksa veidošanos, t.i. vai adsorbenta un adsorbāta mijiedarbība veidojas Kulona spēku vai kovalento saišu dēļ.	[47]
Centrifugēšana un supernata spektrofotometriska analīze, jeb izsmelšanas metode.	Adsorbcijas kapacitāte, adsorbcijas konstante. Adsorbcijas izoterma, un vai tā pakļaujas Langmuira vienādojumam. Virsmas skābums. Īpatnējā virsma. Pierādīt, ka dispersants pārklāj daļiņas visu virsmu. Virsmas grupu skābes stiprums.	[16, 5537. lpp., 44]
BET kopā ar SEM. Ūdens un Hg porozitāte, SAXS. Iemērcēšanas siltums. Termoporometrija.	Poru attīstība. Virsmas laukums. Poru izmērs. Porozitāte. Mezoporu un makroporu izmērs.	[47, 62, 46, 44]
SAXS	Mezo un Makroporu girācijas rādiuss.	[46]
Ramana spektrometrija	Monoklīnās un tetragonālās fāzes saturs.	[50]
XRD	Krtistalītu izmērs pēc Šērera metodes. Ja sintizē ZrO_2 ir nepieciešams zināt, vai tas ir tetragonālais, monoklīnais kubiskais vai amorfais. Vai ZrO_2 apstrāde, piemēram, funkcionalizēšana vai sonifikācija mainīja polimorfo formu. Ja modificē ZrO_2 pagatavošanas ceļu, vai tika novērota tetragonālās fāzes stabilizēšana, var noteikt kādā temperatūrā notiek fāžu pāreja modificētam ZrO_2 , tas var būt priekš ZrO_2 saturošo kompozītu mehāniskām īpašībām. Ja daļiņas virsmu modificē piesaistot fosfonātus, tad uz ZrO_2 virsmas var veidoties $\alpha-Zr(O_3POH)$ ar XRD to var pierādīt vai noliegt. $\alpha-Zr(O_3POH)$ veidošanos būtiski samazina daļiņu BET virsmu.	[50, 44, 63, 64, 46]
HR-TEM	Pierādīt, ka dispersants pārklāj daļiņas virsmu.	[51]

TEM un SEM	Primāro un sekundāro daļiņu izmērs, to morfoloģija, agregātu veidošanos.	[50, 46, 65, 51]
Turbidimetrija izmantojot divus viļņu garumus	Daļiņu izmēru sadalījums.	[1P.2_26_14, 1.-29. lpp]
DSC	Amorfa ZrO ₂ kristalizācijas temperatūra.	[64]
TGA	Ja ZrO ₂ tika funkcionālizēts, tad var uzzināt adsorbētas organiskas vielas daudzumu.	[64, 173. lpp.]

2. EKSPERIMENTĀLA DAĻA

2.1. Šķīdumu, kuri tika izmantoti analizējamam paraugam iegūšanai, pagatavošana

Aprīkojums un vielas.

- 1 mL mērpipete ar iedaļu
- 10 mL mērpipete ar iedaļu
- 6. 100 mL mērkolbas
- 10 mL penicilīna pudelītes ar polipropilēna vāciņiem
- 5% ZrO₂ suspensija (Sigma Aldrich, Zirconium(IV) oxide nanoparticles, dispersion, <100 nm particle size, pH 5-6), BET particle size 100 nm
- Ultraskaņas vanna, Elmasonic S 102 H, ultraskaņas frekvence 37 kHz, efektīvā ultraskaņas jauda 200 W.
- 85% H₃PO₄ (analītiski tīra), Sigma aldrich
- plastmasas kivetes, STARSTED, D-51588, 10x10x58 mm, polisterols
- Litesizer 500 iekārta
- Ledus 100 mL
- 200 mL vārglāze

1. OC2e1F šķīduma pagatavošana.

1) Ar 10 mL mērpipeti 100 mL mērkolbā tika pārņemti 13,6 mL 85% H₃PO₄, atšķaidīts gandrīz līdz atzīmei, sakratīja, ar pilināmo pipeti atšķaidīja ar dejon. ūdeni līdz atzīmei. Šādā veidā ieguva 100 mL 2,00 M H₃PO₄ šķīdumu.

2. OC2eiF šķīdumu pagatavošana.

1) 3. mērkolbas tika parakstītas: OC2e3F, OC2e5F

2) Ar 1 mL mērpipeti paņēma 1 mL OC2e1F šķīduma un pārnesa 100 mL mērkolbā, atšķaidīja ar dejon. ūdeni, līdzīgi kā iepriekš, līdz atzīmei. Šāda veida ieguva 100 mL 2,00*10⁻² M H₃PO₄, OC2e3F . šķīdumu.

3) Ar 1 mL mērpipeti paņēma 1 mL $0C2e3F$ šķīduma un pārnesa 100 mL mērkolbā, atšķaidīja ar dejon. ūdeni, līdzīgi ka iepriekš, līdz atzīmei. Šāda veida ieguva 100 mL $2,00 \cdot 10^{-4}$ M H_3PO_4 , $0C2e5F$.

3. $0Ce0F1A$ šķīduma pagatavošana.

1) Ar 1 mL mērpipeti 1 mL 5% ZrO_2 šķīduma pārnesa penicilīna pudelītē. Parakstīja. Ar 10 mL mērpipeti pievienoja 10 mL dej. Ūdens.

2.2. $5Ce1F$ mērījumu sērija

1. $iCe1F$ šķīdumu pagatavošana I posms: H_3PO_4 pievienošana penicilīna pudelītēs.

1) Sešas penicilīna pudelītes tika sanumurētas un parakstītas.

2) Ar Mora pipeti paņēma 5 mL $0C2e1F$ šķīduma un pārnesa 1. penicilīna pudelītē. Šādā veida saka gatavot $5Ce1F$, $c(H_3PO_4)=1,00$ M šķīdumu.

4) Ar 1 mL mērpipeti paņēma 0,5 mL $0C2e1F$ šķīduma un pārnesta 2. penicilīna pudelītē. Šādā veidā saka gatavot $5Ce2F$, $c(H_3PO_4)=10^{-1}$ M šķīdumu.

5) Ar Mora pipeti paņēma 5 mL $0C2e3F$ šķīduma un pārnesa 3. penicilīna pudelītē. Šādā veida saka gatavot $5Ce3F$, $c(H_3PO_4)=10^{-2}$ M šķīdumu.

6) Ar 1 mL mērpipeti paņēma 0,5 mL $0C2e3F$ šķīduma un pārnesa 4. penicilīna pudelītē. Šādā veidā saka gatavot $5Ce4F$, $c(H_3PO_4)=10^{-3}$ M šķīdumu.

7) Ar Mora pipeti paņēma 5 mL $0C2e5F$ šķīduma un pārnesa 5. penicilīna pudelītē. Šādā veidā saka gatavot $5Ce5F$, $c(H_3PO_4)=10^{-4}$ M šķīdumu.

8) Ar 1 mL mērpipeti paņēma 0,5 mL $0C2e5F$ šķīduma un pārnesa 6. penicilīna pudelītē. Šādā veidā saka gatavot $5Ce6F$, $c(H_3PO_4)=10^{-5}$ M šķīdumu.

2. $iCe1F$ šķīdumu pagatavošanas II posms: ZrO_2 un ūdens pievienošana penicilīna pudelītēs.

2.1. Lai pagatavotu $5Ce1F$ šķīdumus.

1) A 1 mL mērpipeti paņēma 0,4 mL $5C0F$ šķīduma un pārnesa katrā penicilīna pudelītē. Ar 10 mL un 1 mL mērpipeti 1., 3., 5. pudelītē pievienoja 4,6 mL dej. ūdens. 2, 4., 6. penicilīna pudelītē

pievienoja 9,1 mL dej. Ūdens. Šādā veidā tika pagatavoti 5Ce1F ,5Ce2F, 5Ce3F ,5Ce4F ,5Ce5F šķīdumi.

2.2. Lai pagatavotu 4CeIF šķīdumus.

1) A 1mL mērpipeti paņēma 0,32 mL 5C0F šķīduma un pārnesa katrā penicilīna pudelītē. Ar 10 mL un 1 mL mērpipeti 1., 3., 5. pudelītē pievienoja 4,68 mL dej. ūdens. 2, 4., 6. penicilīna pudelītē pievienoja 9,18 mL dej. Ūdens. Šādā veidā tika pagatavoti 4Ce1F ,4Ce2F, 4Ce3F ,4Ce4F ,4Ce5F šķīdumi.

2.3. Lai pagatavotu 3CeIF šķīdumus.

1) A 1mL mērpipeti paņēma 0,24 mL 5C0F šķīduma, un pārnesa katrā penicilīna pudelītē. Ar 10 mL un 1 mL mērpipeti 1., 3., 5. pudelītē pievienoja 4,76 mL dej. ūdens. 2, 4., 6. penicilīna pudelītē pievienoja 9,26 mL dej. ūdens. Šādā veidā tika pagatavoti 3Ce1F ,3Ce2F ,3Ce3F ,3Ce4F ,3Ce5F šķīdumi.

2.4. Lai pagatavotu 2CeIF šķīdumus.

1) A 1mL mērpipeti paņēma 0,16 mL 5C0F šķīduma un pārnesa katrā penicilīna pudelītē. Ar 10 mL un 1 mL mērpipeti 1., 3., 5. pudelītē pievienoja 4,84 mL dej. ūdens. 2, 4., 6. penicilīna pudelītē pievienoja 9,34 mL dej. ūdens. Šādā veidā tika pagatavoti 2Ce1F ,2Ce2F, 2Ce3F ,2Ce4F ,2Ce5F šķīdumi.

2.5. Lai pagatavotu 1CeIF šķīdumus.

1) A 1 mL mērpipeti paņēma 0,08 mL 5C0F1A šķīduma un pārnesa katrā penicilīna pudelītē. Ar 10 mL un 1 mL mērpipeti 1., 3., 5. pudelītē pievienoja 4,92 mL dej. ūdens. 2, 4., 6. penicilīna pudelītē pievienoja 9,42 mL dej. ūdens. Šādā veidā tika pagatavoti 2Ce1F ,2Ce2F, 2Ce3F ,2Ce4F ,2Ce5F šķīdumi.

2.3. Dzesēšanas procedūra

1. Pārējo 0C2eiF šķīdumu pagatavošana.

1) 2. mērkolbas tika parakstītas: 0C2e2F, 0C2e4F.

2) Ar 10 mL mērpipeti paņēma 10 mL 0C2e1F šķīduma un pārnesa 100 mL mērkolbā, atšķaidīja ar dejon. ūdeni, līdzīgi ka iepriekš, līdz atzīmei. Šādā veidā ieguva 100 mL $2,00 \cdot 10^{-1}$ M H₃PO₄, 0C2e2F šķīdumu.

3) Ar 10 mL mērpipeti paņēma 10 mL 0C2e3F šķīduma un pārnesa 100 mL mērkolbā, atšķaidīja ar dejon. ūdeni, līdzīgi ka iepriekš, līdz atzīmei. Šādā veidā ieguva 100 mL $2,00 \cdot 10^{-4}$ M H₃PO₄, 0C2e4F .

2. 5CeIFdz-f šķīdumu pagatavošana.

1) Uz 5 penicilīna pudelītēm uznesa atzīmes : 5Ce1Fdz, 5Ce2Fdz, 5Ce3Fdz, 5Ce4Fdz, 5Ce5Fdz,. Katrā penicilīna pudelītē ar 1 mL mērpipeti pārleja 0,4 mL 5C0F šķīduma un 8,6 mL dest. ūdens.

3. 5CeIFdz šķīdumu pagatavošana I posms: H₃PO₄ pievienošana penicilīna pudelītēs.

5CeIF-c pagatavošana.

1) Sešas penicilīna pudelītes tika sanumurētas un parakstītas.

2) Ar 1 mL mērpipeti paņēma 0,68 mL 85% H₃PO₄ un 0,32 mL ūdens šķīduma un pārnesa 1. penicilīna pudelītē. Šādā veida saka gatavot 0Ce1Fdz šķīdumu. H₃PO₄ koncentrācija 0Ce1F šķīdumā būs 1,00 M.

4) Ar 1 mL mērpipeti paņēma 0,5 mL 0C2e1F (2M H₃PO₄) šķīduma un 0,5 mL dest. ūdens un pārnesa 2. penicilīna pudelītē. Šādā veida saka gatavot 0Ce2Fdz šķīdumu. H₃PO₄ koncentrācija 0Ce2F šķīdumā būs 0,1 M.

5) Ar Mora pipeti paņēma 0,5 mL 0C2e2F (0,2M H₃PO₄) šķīduma un 0,5 mL dest. ūdens un pārnesa 3. penicilīna pudelītē. Šādā veida saka gatavot 0Ce3F šķīdumu. H₃PO₄ koncentrācija 0Ce3Fdz šķīdumā būs 0,01 M.

6) Ar 1 mL mērpipeti paņēma 0,5 mL 0C2e3F (0,02 M H₃PO₄) šķīduma un 0,5 mL dest. ūdens un pārnesa 4. penicilīna pudelītē. Šādā veida saka gatavot 0Ce4Fdz šķīdumu. H₃PO₄ koncentrācija 0Ce4F šķīdumā būs 0,001 M.

7) Ar 1 mL mērpipeti paņēma 0,5 mL 0C2e4F (0,002 M H₃PO₄) šķīduma un 0,5 mL dest. ūdens un pārņests 5. penicilīna pudelītē. Šādā veidā saka gatavot 0Ce5F šķīdumu. H₃PO₄ koncentrācija 0Ce5Fdz šķīdumā būs 0,0001 M.

8) Ar 1 mL mērpipeti paņēma 0,5mL 0C2e5F(0,0002 M H₃PO₄) šķīduma un pārnesa penicilīna pudelītē. Šādā veidā saka gatavot 0Ce6F šķīdumu. H₃PO₄ koncentrācija 0Ce6F šķīdumā būs 0,00001 M.

4. 5CeIFdz-f un ICe5F-c šķīdumu savienošana. 5CeIF-f sonificēja 10 min. Pa to laiku sagatavoja ledus vannu. 5CeIF-f un 5CeIF-c ievietoja ledus vannā uz 10 min. Šķīdumus salēja kopā un analizēja ar Litesizer iekārtu. To pašu atkārtoja ar pārējiem šķīdumiem.

2.4. POL sērijām paraugu nepieciešamo šķīdumu pagatavošana

1. 0C0F2e1POL šķīduma pagatavošana. 100 mL vārglāzē nosvēra 0,02 g SPEEK polimēra un izšķīdināja 20 mL dej. Ūdens, ievietoja žāvskapī uz 2h līdz polimērs pilnībā izšķīst. Šķīdumu kvantitatīvi pārnesa 100 mL mērkolbā un atšķaidīja līdz 100 mL.

2. 0C0F2e3POL šķīduma pagatavošana. Ar 1 mL mērpipeti 100 mL mērkolba pārnesa 1 mL 0C0F2e0POL šķīduma un atšķaidīja līdz 100 mL.

3. 0C0F2e5POL šķīduma pagatavošana. Ar 1 mL mērpipeti 100 mL mērkolba pārnesa 1 mL 0C0F2e0POL šķīduma un atšķaidīja līdz 100 mL.

4. 0C0F20POL šķīdums tika pagatavots šādi. 2,00 g SPEEK polimēra tika nosvērti 80 mL vārglāzē uz analītiskiem svāriem. Pievienoja dej. Ūdeni līdz 60 mL. Šķīdumu sildīja žāvskapī 50 °C temperatūra, 10 h līdz polimērs pilnībā izšķīda. Pievienoja destilēto ūdeni, lai kopējais tilpums paliktu 60 mL.

5. 0C0F2POL šķīdums tika pagatavots šādi. Ar 10 mL mērpipeti 100 mL mērkolba pārnesa 10 mL 0C0F20POL šķīduma un atšķaidīja līdz 100 mL.

6. 5C0F1A šķīdums tika pagatavots iepriekš.

2.5. 3Ce1POL sēriju paraugu pagatavošana

1. 3Ce1POL šķīdums tika pagatavots šādi. 10 mL penicilīna pudelīte ar 10 mL mērpipeti tika pievienots 5 mL 0C0F2e1POL šķīduma, ar 1 mL mērpipeti tika pievienots 0,24 mL 5C0F1A šķīduma un ar 10 ml mērpipeti un 1 mL mērpipeti 4,76 mL dej. Ūdens.

2. 3Ce2POL šķīdums tika pagatavots šādi. 10 mL penicilīna pudelīte ar 1 mL mērpipeti tika pievienots 0,5 mL 0C0F2e1POL šķīduma, ar 1 mL mērpipeti tika pievienots 0,24 mL 5C0F1A šķīduma un ar 10 ml mērpipeti un 1 mL mērpipeti 9,26 mL dej. Ūdens.

3. 3Ce3POL šķīdums tika pagatavots šādi. 10 mL penicilīna pudelīte ar 10 mL mērpipeti tika pievienots 5 mL 0C0F2e3POL šķīduma, ar 1 mL mērpipeti tika pievienots 0,24 mL 5C0F1A šķīduma un ar 10 ml mērpipeti un 1 mL mērpipeti 4,76 mL dej. Ūdens.

4. 3Ce4POL šķīdums tika pagatavots šādi. 10 mL penicilīna pudelīte ar 1 mL mērpipeti tika pievienots 0,5 mL 0C0F2e3POL šķīduma, ar 1 mL mērpipeti tika pievienots 0,24 mL 5C0F1A šķīduma un ar 10 ml mērpipeti un 1 mL mērpipeti 9,26 mL dej. Ūdens.

5. 3Ce5POL šķīdums tika pagatavots šādi. 10 mL penicilīna pudelīte ar 10 mL mērpipeti tika pievienots 5 mL 0C0F2e5POL šķīduma, ar 1 mL mērpipeti tika pievienots 0,24 mL 5C0F1A šķīduma un ar 10 ml mērpipeti un 1 mL mērpipeti 4,76 mL dej. Ūdens.

6. 3Ce6POL šķīdums tika pagatavots šādi. 10 mL penicilīna pudelīte ar 1 mL mērpipeti tika pievienots 0,5 mL 0C0F2e5POL šķīduma, ar 1 mL mērpipeti tika pievienots 0,24 mL 5C0F1A šķīduma un ar 10 ml mērpipeti un 1 mL mērpipeti 9,26 mL dej. Ūdens.

7. 3C1POL šķīdums tika pagatavots šādi. 10 mL penicilīna pudelīte ar 10 mL mērpipeti tika pievienots 5 mL 0C0F2POL šķīduma, ar 1 mL mērpipeti tika pievienots 0,24 mL 5C0F1A šķīduma un ar 10 ml mērpipeti un 1 mL mērpipeti 4,76 mL dej. ūdens.

8. 3Ce10POL šķīdums tika pagatavots šādi. 10 mL penicilīna pudelīte ar 10 mL mērpipeti tika pievienots 5 mL 0C0F20POL šķīduma, ar 1 mL mērpipeti tika pievienots 0,24 mL 5C0F1A šķīduma un ar 10 ml mērpipeti un 1 mL mērpipeti 4,76 mL dej. Ūdens.

2.6. 0Ce1POL sēriju paraugu pagatavošana

1. 0Ce3POL šķīdums tika pagatavots šādi. 10 mL penicilīna pudelīte ar 10 mL mērpipeti tika pievienots 5 mL 0C0F2e3POL šķīduma, ar 10 mL mērpipeti 5 mL dej. ūdens.

2. 0Ce2POL šķīdums tika pagatavots šādi. 10 mL penicilīna pudelīte ar 1 mL mērpipeti tika pievienots 0,5 mL 0C0F2e2POL šķīduma, ar 10 mL mērpipeti 9,5 mL dej. ūdens.

3. 0Ce1POL šķīdums tika pagatavots šādi. 10 mL penicilīna pudelīte ar 10 mL mērpipeti tika pievienots 5 mL 0C0F2e1POL šķīduma, ar 10 mL mērpipeti 5 mL dej. ūdens.

4. 0C1POL šķīdums tika pagatavots šādi. 10 mL penicilīna pudelīte ar 10 mL mērpipeti tika pievienots 5 mL 0C0F2POL šķīduma, ar 10 mL mērpipeti tika pievienots 5 mL dej. ūdens.

5. 0Ce10POL šķīdums tika pagatavots šādi. 10 mL penicilīna pudelīte ar 10 mL mērpipeti tika pievienots 5 mL 0C0F20POL šķīduma, ar 10 mL mērpipeti 5 mL dej. Ūdens.

2.7. Zeta potenciāla un daļiņu izmēru noteikšana ar Litesizer iekārtu

1. Iekārtā tika ievadīti šādi sākumparametri.

DLS. Vienreizēja kivete, 175° C, līdzsvarošanas laiks 1 min, 25 °C temperatūra, refrakcijas indekss 2,159, absorbcija 0,001, ūdens, refrakcijas indekss 1,33026, ūdens viskozitāte 0,0008903 Pa.s.

ELS. Temperatūra 25 °C, līdzsvarošanas laiks 1 min, Debaja faktors 1,5, maksimālais spriegums 40 V, maksimāls mērījumu skaists 1000, ūdens refrakcijas indekss, ūdens viskozitāte, ūdens dielektriska konstante 78,67.

2. Zeta potenciāla un daļiņu izmēru noteikšana 5Ce1F, 3Ce1F un iCe5F mērījumu sērijām.

Ka tika veiktas DLS analīzes.

1) Analīzes tika veiktas no paša atšķaidītākā līdz pašam koncentrētākajam. Litesizer 500 iekārta tika sagatavota darbam sekojot ekspluatācijas instrukcijai. Tika izmantotas plastmasas kivetes.

2) Paraugu sakratīja, sonificēja 10 minūtes, atkal sakratīja. 2 mL šķīduma tika pārliets plastmasas ķivetē, pārliecinājās vai nav burbuļu. Ķiveti aiztaisīja ar vāciņu un ielika Litesizer iekārtā. Tika veikta DLS analīze, saglabāts fails.

3) Tika veikts pieraksts, kurā norādīja analizējamā šķīduma nosaukumu, mērījuma faila nosaukumu, parauga pagatavošanas datumu, parauga analīzes datumu un procedūru.

4) Ja analīzes rezultātā tika pamanīts brīdinājums, ka autokorelācijas funkcija samazinās pārāk strauji un parauga koncentrācija nav piemērota, tad paraugu no ķivetes izlēja penicilīna pudelītē, sakratīja un analizēja vēlreiz.

Ka tika veiktas ELS analīzes.

2) Līdzīgā veidā kā DLS tika veiktas ELS analīzes.

3. Zeta potenciāla un daļiņu izmēru noteikšana TAU sērijai.

1) 2Ce5F paraugs pēc 10 min sonificēšanas nosonificēja vēl 30 minūtes un noteica d_h atkarību no iztures laika. DLS analīze tika veikta līdzīgi kā iepriekš.

2) 5Ce5F paraugu pēc 10 min sonifikācijas nosonificēja vēl 30 min un noteica d_h atkarību no iztures laika. DLS analīze tika veikta līdzīgi kā iepriekš.

3) 5Ce5F paraugu pēc 10 un 30 min sonifikācijas nosonificēja vēl 10 min un noteica d_h atkarību no iztures laika. Litesizer ievadparametros ieregulēja 70 °C mērīšanas temperatūru. DLS analīze tika veikta līdzīgi kā iepriekš.

4. Zeta potenciāla un daļiņu izmēru noteikšana SON sērijai.

1) Analīzes tika veiktas no paša atšķaidītākā līdz pašam koncentrētākajam. Litesizes 500 iekārta tika sagatavota darbam sekojot ekspluatācijas instrukcijai. Tika izmantotas plastmasas ķivetes.

2) Tika analizēti paraugi: 3Ce1F, 3Ce5F, 5Ce1F, 5Ce5F, 1Ce5F un ΔT tika izvēlēts 2, 5, 10 min, precīzāk sk. rezultātos.

3) Paraugu sakratīja, sonificēja ΔT minūtes, atkal sakratīja. 2 mL šķīduma pārlēja plastmasas ķivetē, pārliecinoties vai nav burbuļu. Ķiveti aiztaisīja ar vāciņu un ielika Litesizer iekārtā. Tika veikta DLS analīze, saglabāts fails.

4) Parauga šķīdumu pārlēja no ķivetes uz to pašu penicilīna pudelīti. Atkārtēja soli 3) vairākas reizes.

5) Tika veikts pieraksts, kurā norādīja analizējamā šķīduma nosaukumu, mērījuma faila nosaukumu, parauga pagatavošanas datumu, parauga analīzes datumu un procedūru.

5. Zeta potenciāla un daļiņu izmēru noteikšana 5CeiFDZ mērījumu sērijai.

DLS analīzes.

- 1) Analīzes tika veiktas no paša atšķaidītākā līdz pašam koncentrētākajam. Litesizes 500 iekārta tika sagatavota darbam sekojot ekspluatācijas instrukcijai. Tika izmantotas plastmasas kivetes.
- 2) 2 mL šķīduma pārlēja plastmasas ķivetē, pārlicinājās, vai nav burbuļu. Ķiveti aiztaisīja ar vāciņu un ielika Litesizer iekārtā. Tika veikta DLS analīze, saglabāts fails.
- 3) Tika veikts pieraksts, kurā norādīja analizējamā šķīduma nosaukumu, mērījuma faila nosaukumu, parauga pagatavošanas datumu, parauga analīzes datumu un procedūru.

ELS analīzes.

- 2) Līdzīgā veida ka DLS tika veiktas ELS analīzes.

2.8. SPEEK polimēra pagatavošana

Šī sadaļa tiek citēta ar nelielām izmaiņām no kursa darba I[2].

Trauki un aprīkojums.

- Žāvkapis.
- Velkme.
- Tehniskie svāri KERN 440-33N, Nr.: WCO285081.
- Analītiskie svāri KERN ALS 220-4N, Nr.:083345.
- Elektriska plītiņa.
- Vārglāze, V = 2 L.
- Stikla nūjiņa.
- Magnētiskais maisītājs.
- Statīvs.
- Petrī trauciņi.
- Mērcilindrs, V = 100 mL.
- Koniskā kolba, V = 250 mL.
- Mora pipete, V = 20 mL.

Vielas.

- PEEK.
- 95-98% H₂SO₄.
- Dejonizēts ūdens, ne mazāk par 5 L.

Darba gaita.

- 1) Visas darbības ar koncentrēto H₂SO₄ veica velkmē, izmantojot cimodus un aizsargbrilles. Nosvēra 10,00 g PEEK koniskajā kolbā ar skalpeļa palīdzību, un ar mērcilindra palīdzību pievienoja 190 mL 95-98% H₂SO₄. Atstāja maisīties uz 24 h, pēc tam divas stundas ar stikla nūjiņas palīdzību dalīja polimēra kamolu un intensīvi maisīja. Paraugu sildīja žāvskapī 16 stundas 50 °C temperatūrā.
- 2) Sagatavoja 2 L vārglāzi ar 250 mL sasmalcināta ledus un 250 mL destilētās ūdens. Šķīdumu intensīvi maisot ar stikla nūjiņu, lēnām izlēja ledus ūdenī un ļāva atdzist.
- 3) SPEEK mazgāja ar dejonizētu ūdeni līdz neitrālam pH. Visbeidzot SPEEK gabaliņš tika sildīts virs plītiņas, ja tas kļuva melns, tad mazgāšanu turpināja. SPEEK žāvēja Petri trauciņos 80 °C temperatūrā 48 h [67].
- 4) Iegūtam SPEEK polimēram titrometriski noteica sulfonēšanas pakāpi, ta bija 69%. Rezultāta tika iegūts ap 10 g SPEEK polimēra.

2.9. M5Ce1A membrānu pagatavošana

Šī sadaļa tiek citēta ar nelielām izmaiņām no kursa darba II[3].

Darba piederumi un vielas.

- Velkme.
- 200 mL vārglāze.
- 100 mL mērcilindrs.
- 100 mL vārglāzes, 6 gabali.
- 2mL mērpipetes ar iedaļu 0,01 mL, 2 gabali.
- Elektriska plītiņa.

- DMF šķīdinātājs.
- SPEEK polimērs ar sulfonēšanas pakāpi 69%.
- Magnētiskais maisītājs, kura izmērs atbilst 100 mL vārglāzei.
- 10 mL penicilīna pudelītes ar vāciņiem, 10 gabali.
- 5% ZrO₂ dispersija ūdenī.
- Tehniskie svāri KERN 440-33N, Nr.: WCO285081.
- 10 mL mērpipete ar iedaļu 0,1 mL.
- Petrī trauciņi, 6 gabali.
- Skalpelis.

1. 0C1AD SPEEK/DMF šķīduma pagatavošana.

1) (Uzmanību! Jāpārlicinās, ka karsēšanas temperatūra būs zemāka par viršanas, velkmei ir jābūt pilnībā aizvērtai). Ar 100 mL mērcilindru nomērīja 70 mL DMF 200 mL vārglāzē, vārglāzi uzlika uz elektriskās plītiņas un uzsildīja. (Uzmanību! Šķīdinātājam nedrīkst vārīties). Pievienoja magnētisko maisītāju. Uz tehniskajiem svāriem ar Petrī trauciņa palīdzību nosvēra 7,00 g SPEEK, un lēnām pievienoja SPEEK.

2) Atdzesēja, pārlēja 100 mL mērcilindrā, atstāja stāvēt 3 dienas līdz visas ar aci manāmas daļiņas nogulsņējas. Rezultātā ieguva 70 mL 0C1A šķīduma

2. 5C1AD šķīdumu pagatavošana. 100 mL vārglāze tika parakstīta: 5C1A. Vārglāzē ar 10 mL mērpipeti pārnesa 10 mL 0C1A šķīduma no mērcilindra, tā lai daļiņas paliktu apakšā. Ar 2 mL mērpipeti katrā vārglāzē pievienoja 1 mL 5% ZrO₂ ūdens suspensijas. Vārglāzē pievienoja magnētisko maisītāju, 10 min sildīja un maisīja. Atdzesēja un ielika ultraskaņas vannā uz 10 min. Rezultātā tika iegūts šķīdums, kura ZrO₂ saturam jāatbilst 5 g ZrO₂/100g SPEEK saturam MiC1A sausajā membrānā.

3. M5C1AD Membrānu pagatavošana. Petrī trauciņš tika parakstīts: M5C1, tajā ar 10 mL mērpipeti tika pārnesti 5 mL 5C1A šķīduma. Paraugu ievietoja žāvkapī uz 48 stundām un 60°C temperatūrā. Membrānas, kuras atradās Petrī trauciņos tika saslapinātas ar destilēto ūdeni un izņemtas ar skalpeļa palīdzību. Rezultātā tika iegūta 0,5 g MiC1A membrāna ar ZrO₂ saturu 5 g ZrO₂/100g SPEEK.

2.10. pH atkarības no fosforskābes koncentrācijas radītāja noteikšana

Aparatūra: Metrohim 914 ph/ konduktometrs.

1) Tika secīgi analizēti šādi paraugi: 5Ce1F, 5Ce2F, 5Ce3F, 5Ce4F, 5Ce5F, 5Ce6F. Analīzi veica no pats atšķaidītāka līdz pats koncentrētākam šķīdumam.

2.11. Paraugu nosaukumu izveides principi

Šajā darbā katram pagatavotam šķīdumam atbilst šifrs. Tabulā zemāk ir uzskaitīti šifru izveides principi.

2.1. tabula

Eksperimentos izmatotu šķīdumu un analizēto paraugu šifru izveides principi

Apzīmējums	Lasa
0C, eiC	Šķīdums, kuram netika pievienots ZrO_2 , Šķīdums, kurā ZrO_2 koncentrācija atbilst SPEEK/ ZrO_2 membrānai ar ZrO_2 saturu i%. Piemērām, 1Ce5F, 2Ce5F, 3Ce5F, 4Ce5F, 5Ce5F atbilst ZrO_2 masas koncentrācijām: 36,4; 72,8; 109; 146; 182 mg/L
0F, e0F, eiF	Šķīdums, kurā nav fosforskābes. 2 M H_3PO_4 šķīdums, jeb sākotnējais H_3PO_4 šķīdums. Šķīdums, kura fosforskābes saturs ir 10^i -i reizes mazāks nekā sākotnējā šķīdumā.
-c	Tas ir šķīdums, kurš nav līdz galam pagatavots, tajā trūkst ZrO_2 .
-f	Tas ir šķīdums, kurš nav līdz galam pagatavots, tajā trūkst H_3PO_4
_pi, _zi	Daļiņu izmērs, i-tais mēģinājums. Zeta-potenciāls, i-tais mēģinājums.
10xiSON, 5xiSON, 2xiSON	Sonificēja i reizes kārtu 10 minūtes, 5 minūtēs vai 2 minūtēs.
5TAU	Tika noteikta daļiņu diametra atkarība no laika ar intervālu 5 minūtes.
70T, 25T	Paraugu analizēja 70 °C temperatūrā, 25 °C temperatūrā.
1SER, 2SER	Pirmā vai otra sērija.
DZ	Dzēsēšanas eksperiments.

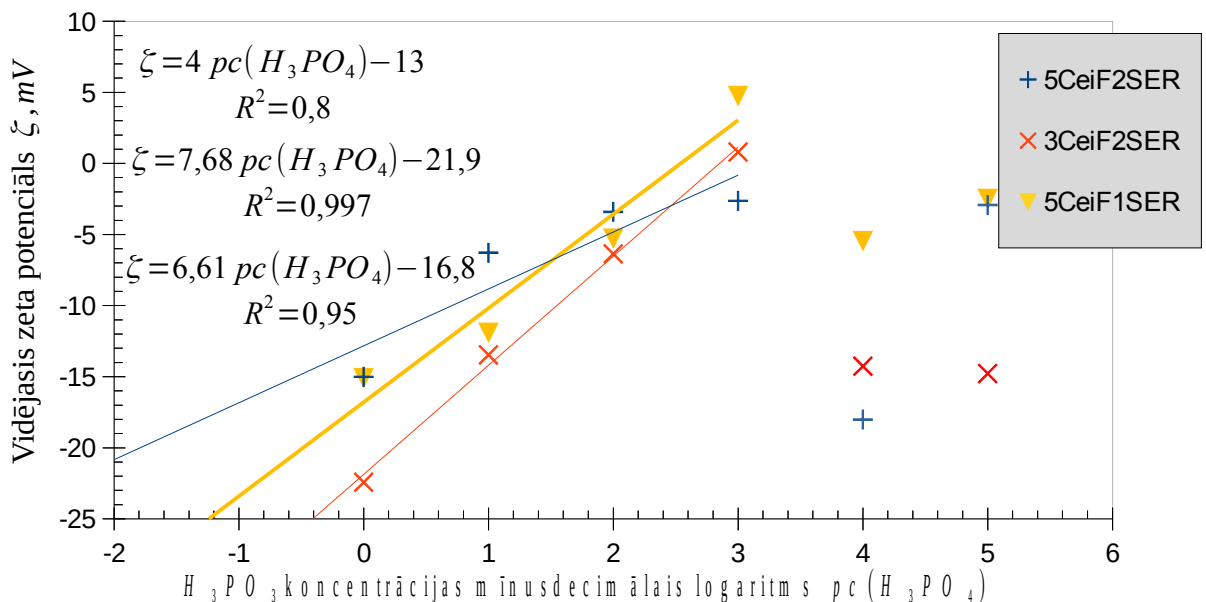
DZV	Atkārtoja mērījumus pēc dzesēšanas eksperimenta.
10POL, 1POL, eiPOL	Atbilst polimēra koncentrācijai 100 mg/L, 10 mg/L, 10 ⁻¹ mg/L.
M	Membrāna, kura tika pagatavota no DMF šķīdinātāja. Piemēram, M5C1A ir ZrO ₂ /SPEEK membrāna, kura tika pagatavota no DMF šķīdinātāja, un kura ir 5% ZrO ₂ , un kuru pagatavojot membrānas šķīdums netika atšķaidīts.

3. REZULTĀTI UN TO IZVĒRTĒJUMS

3.1. 5Ceif1SER, 5Ceif2SER un 3Ceif2SER mēriju sēriju rezultāti

Šifri 5Ceif1SER, 5Ceif2SER un 3Ceif2SER nozīmē, attiecīgi:

- 1)Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 masas koncentrācija ir 182 mg/L, kurā mainās fosforskābes koncentrācija, kuru analizēja pirmajā sērijā.
- 2)Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 masas koncentrācija ir 182 mg/L, kurā mainās fosforskābes koncentrācija, kuru analizēja otrajā sērijā.
- 3)Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 masas koncentrācija ir 109 mg/L, kurā mainās fosforskābes koncentrācija, kuru analizēja otrajā sērijā.



3.1. att. 5Ceif1SER, 5Ceif2SER un 3Ceif2SER sēriju paraugu vidējo zeta potenciālu atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

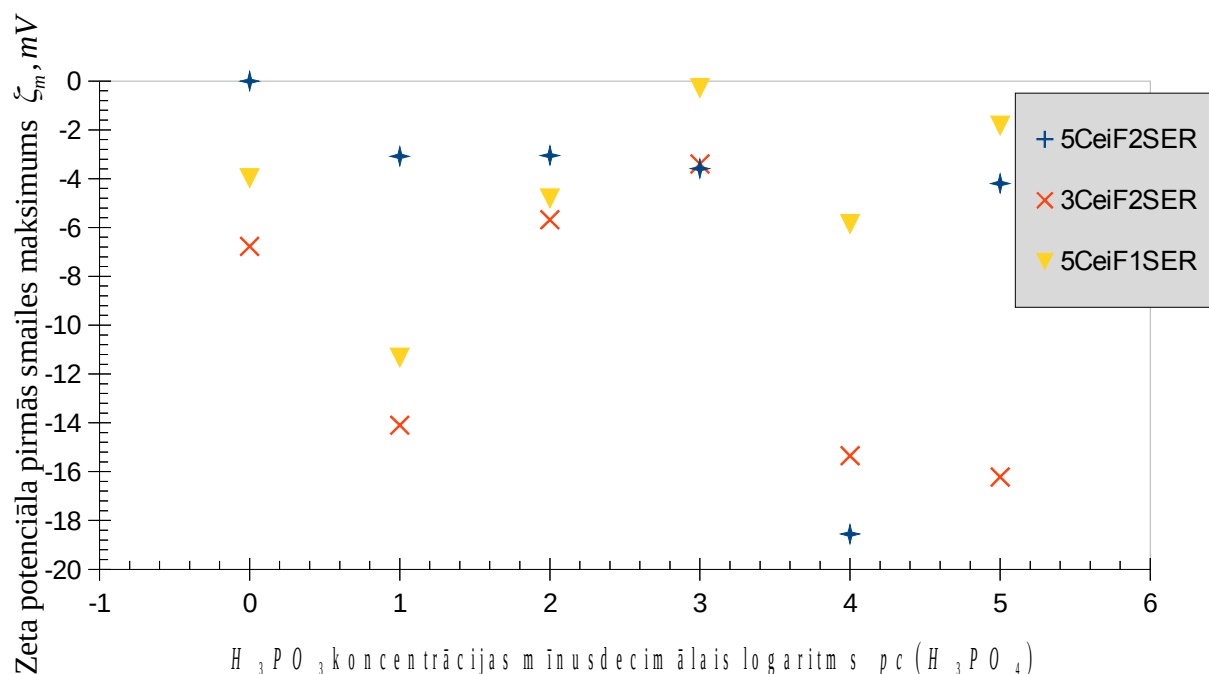
Sakarības redzamas grafikā. ZrO_2 daļiņas, kurām tika pievienota fosforskābe ir lādētas negatīvi. Visām mērījumu sērijām no $pc(H_3PO_4)=0$ līdz 3 zeta potenciāls lineāri aug, no 3 līdz 4 dilst, un no $pc(H_3PO_4)=3$ līdz 5 aug vai nemainās. Visu mērījumu sēriju līknes formas ir līdzīgas.

Salīdzinājums ar teoriju. ZrO_2 ir liela (līdz pat 99 mg/g) adsorbcijas kapacitāte pret fosforskābi. Ja fosforskābes koncentrācijas ir pietiekami mazas, tad adsorbcijas ietekme ir būtiska, tas varētu izskaidrot kādēļ, punkti, kuri atbilst mazam fosforskābes koncentrācijām, neiekļaujas lineārajā sakarībā.

Secinājumi.

5Ceif1SER, 5Ceif2SER un 3Ceif2SER mērījumu sērijām zeta potenciāla līknes formu apraksta šāds vienādojums

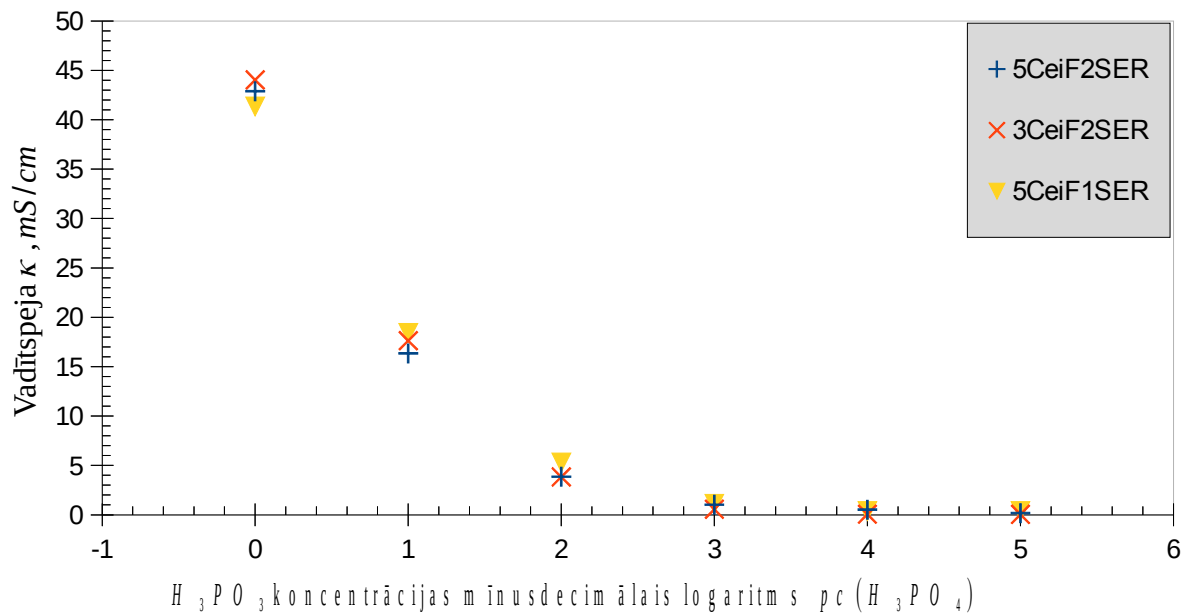
$$\begin{cases} \zeta = a \cdot pc(H_3PO_4) + b \\ pc(H_3PO_4) \in [0; 3] \end{cases} \quad (3.1).$$



3.2. att. 5Ceif1SER, 5Ceif2SER un 3Ceif2SER sēriju paraugu zeta potenciālu pirmās smailes maksimumu atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Sakarības redzamas grafikā. Pirmās smailes maksimuma zeta potenciāls atkarībā no koncentrācijas mainās robežās no -20 mV līdz 0 mV.

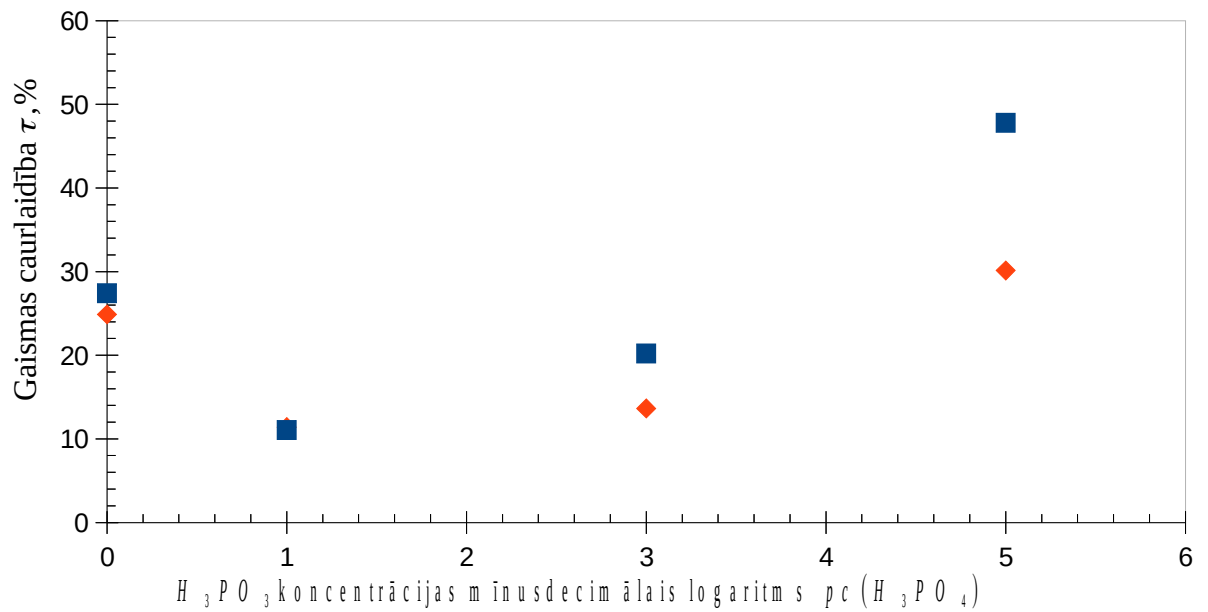
Secinājums. Zeta potenciāla smailes maksimumu grafiks mazāk noderīgs nekā vidējā zeta potenciāla atkarības no fosforskābes rādītāja grafiks.



1.1. att. 5Ceif1SER, 5Ceif2SER un 3Ceif2SER sēriju paraugu vadītspējas atkarība no H₃PO₄ koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Sakarības redzamas grafikā. Ir redzama funkcionāla sakarība starp vadītspēju un fosforskābes koncentrācijas rādītāju, tā ir monotona funkcija, tālāk tā tiks linearizēta.

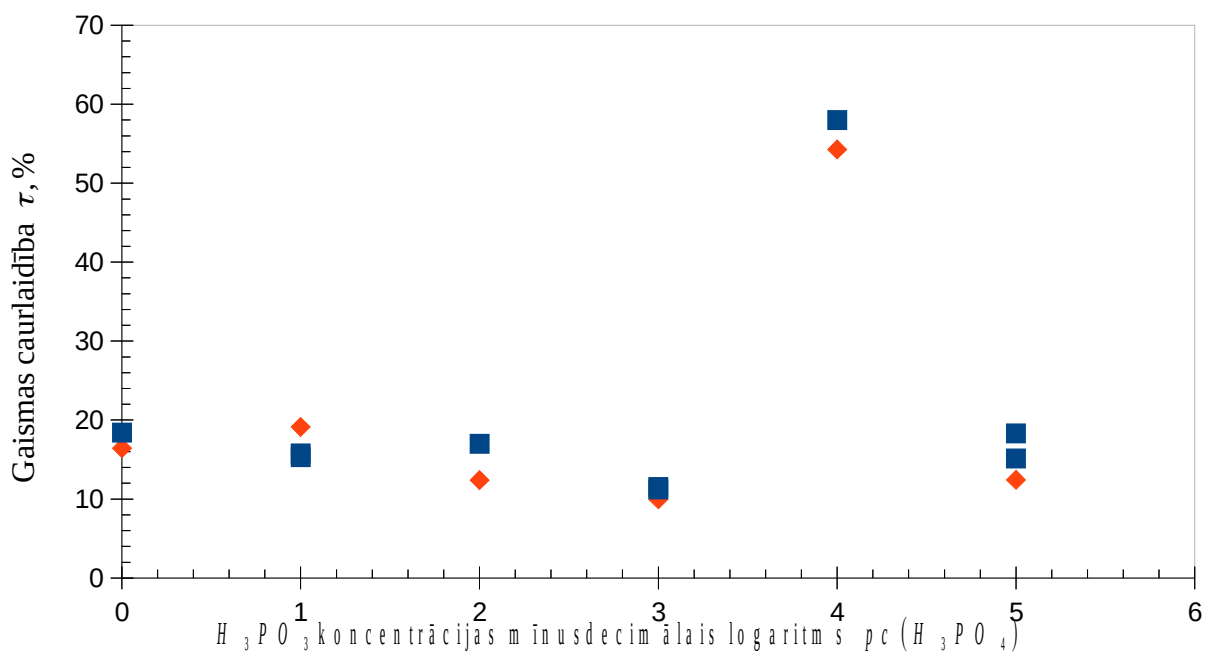
Secinājumi. Visticamāk nebija rupjas kļūdas fosforskābes pievienošanā.



3.3. att. 5CeIF1SER sērijas paraugu gaismas caurlaidības atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Sakarības rezamas uz grafika. 5CeIF1SER sērijas paraugu gaismas caurlaidības noteiktas DLS un ELS eksperimentos pilnīgi nesakrīt.

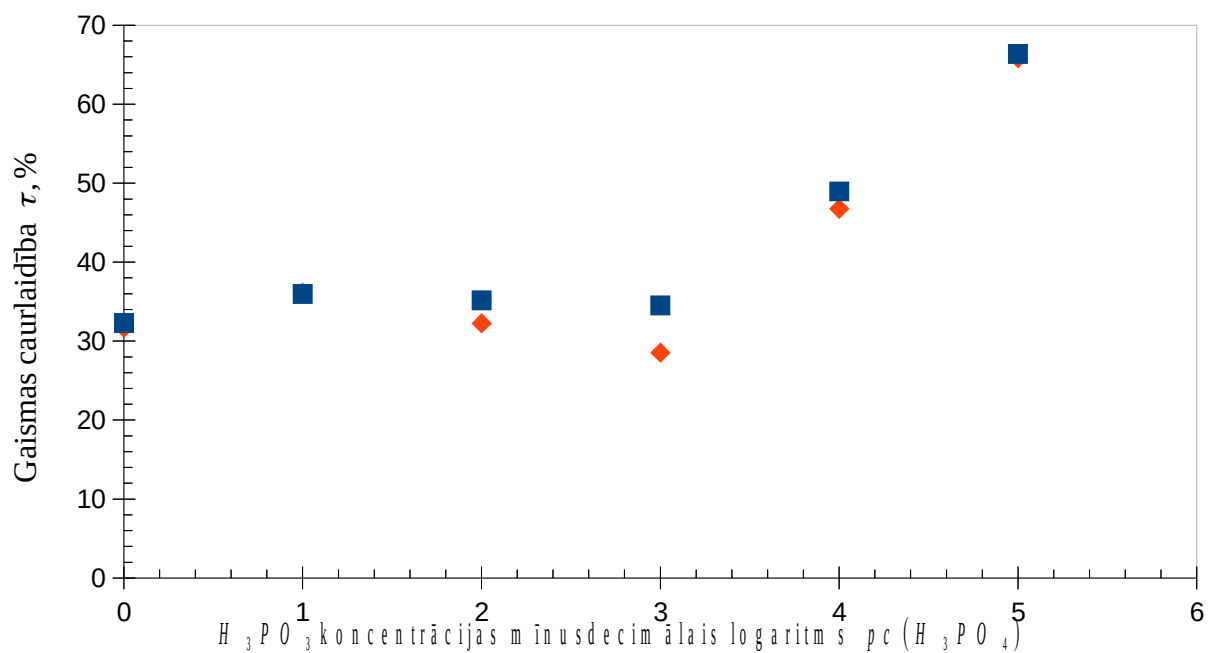
Secinājumi. Tas varētu liecināt par sedimentāciju.



3.4. att. 5CeIF2SER sērijas paraugu gaismas caurlaidības atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Sakarības redzamas uz grafika. 5CeIF2SER sērijas paraugu gaismas caurlaidības noteiktas DLS un ELS eksperimentos pilnīgi nesakrīt.

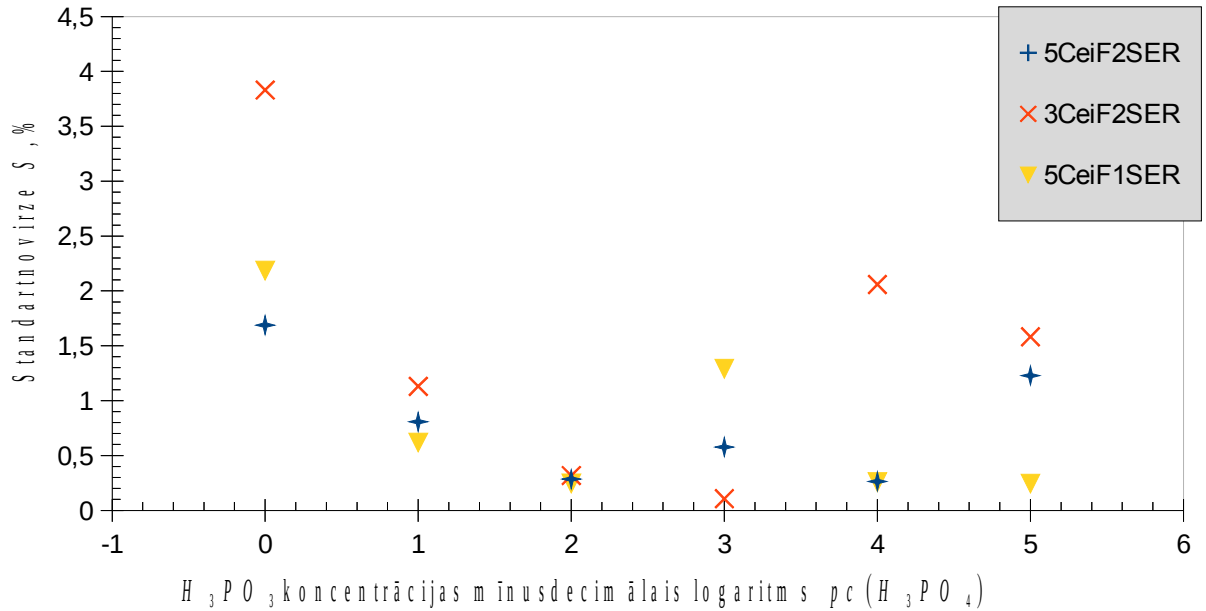
Secinājumi. Tas varētu liecināt par sedimentāciju.



3.5. att. 3Ceif2SER sērijas paraugu gaismas caurlaidības atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

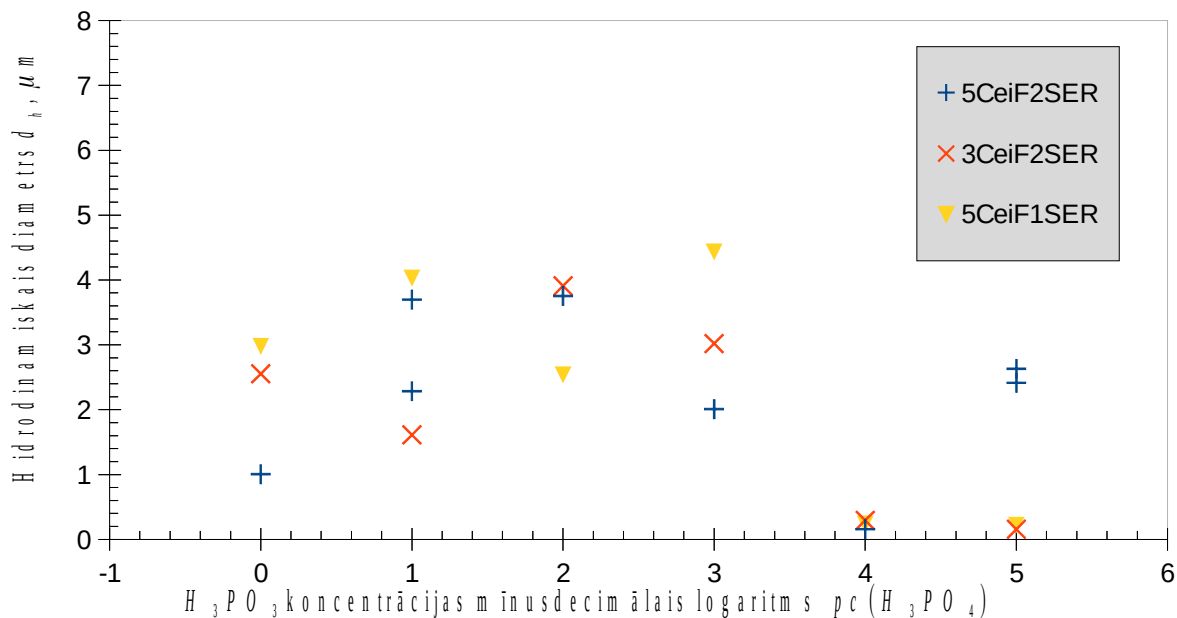
Sakarības redzamas uz grafika. 3Ceif2SER sērijas paraugu gaismas caurlaidības noteiktas DLS un ELS eksperimentos pilnīgi nesakrīt.

Secinājumi. Tas varētu liecināt par sedimentāciju.



3.6. att. 5CeIF1SER, 5CeIF2SER un 3CeIF2SER sēriju paraugu zeta potenciāla standartnoviržu atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

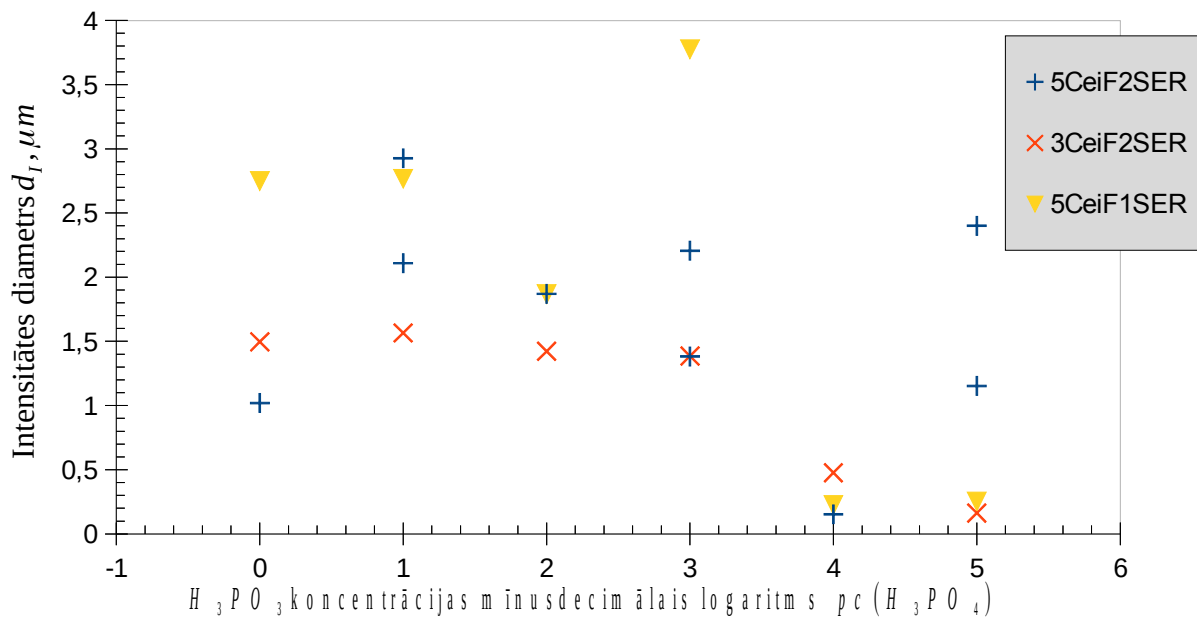
Sakarības redzamas grafikā. Zeta potenciāla standartnovirze atkarībā no $pc(H_3PO_4)$ mainās robežās no 0,1 līdz 4,9 %.



3.7. att. 5CeIF1SER, 5CeIF2SER un 3CeIF2SER sēriju paraugu ZrO_2 daļiņu vidējo hidrodinamisko diametru atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

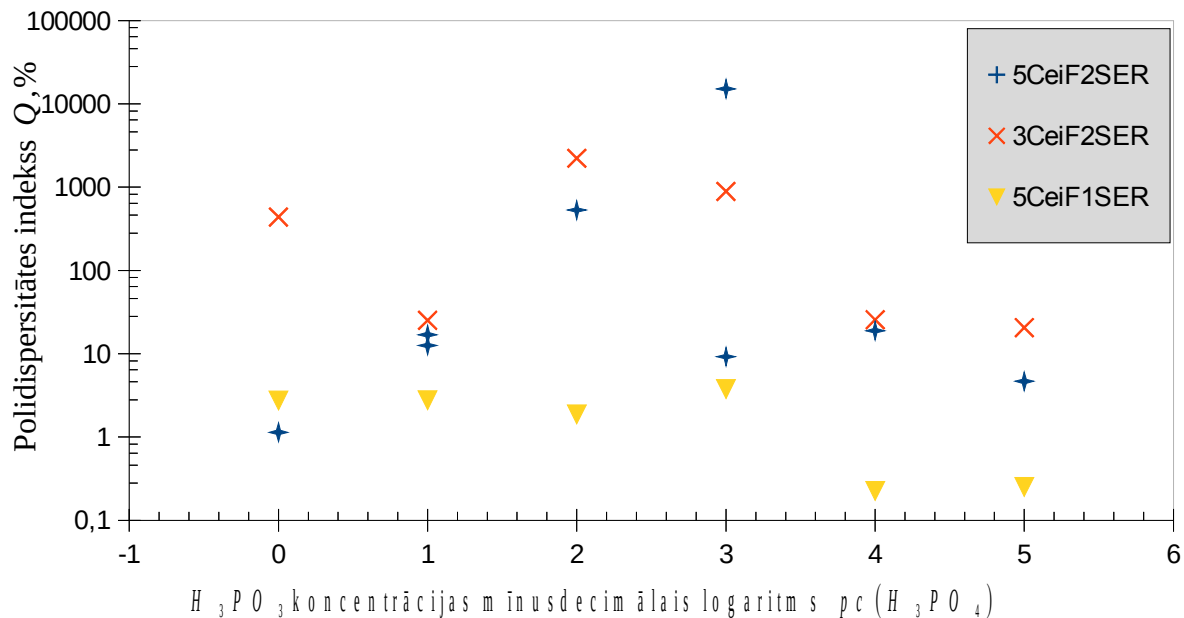
Sakarības redzamas grafikā. Atkārtojot 5CeIF paraugam hidrodinamiska diametra mērījumus iegūst rezultātus, kuri savā starpā atšķirās par ap 1,8-2,5 μm . Tādās pašās robežās iekļaujas rezultāti, ja izmanto šķīdumus ar citu ZrO_2 koncentrāciju. Hidrodinamiski diametri iekļaujas robežās no 1 līdz 4,5 μm , ja fosforskābes koncentrācija ir no 1M līdz 10^{-3} M. Hidrodinamiski diametri ir ap 0,1 μm paraugiem, kuriem H_3PO_4 koncentrācija ir 10^{-3} M un 10^{-4} M.

Secinājums. Ja fosforskābes koncentrācija sasniedz 10^{-3} M un lielāk, tad tā traucē ZrO_2 agregātu sadalīšanai sonifikācijas ietekmē.



3.8. att. 5CeF1SER, 5CeF2SER un 3CeF2SER sēriju paraugu ZrO_2 daļiņu intensitātes vidējo diametru atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Sakarības redzamas grafikā. Sakarības ir ļoti līdzīgas ka tas, kuras tika novērotas iepriekšējām grafikam



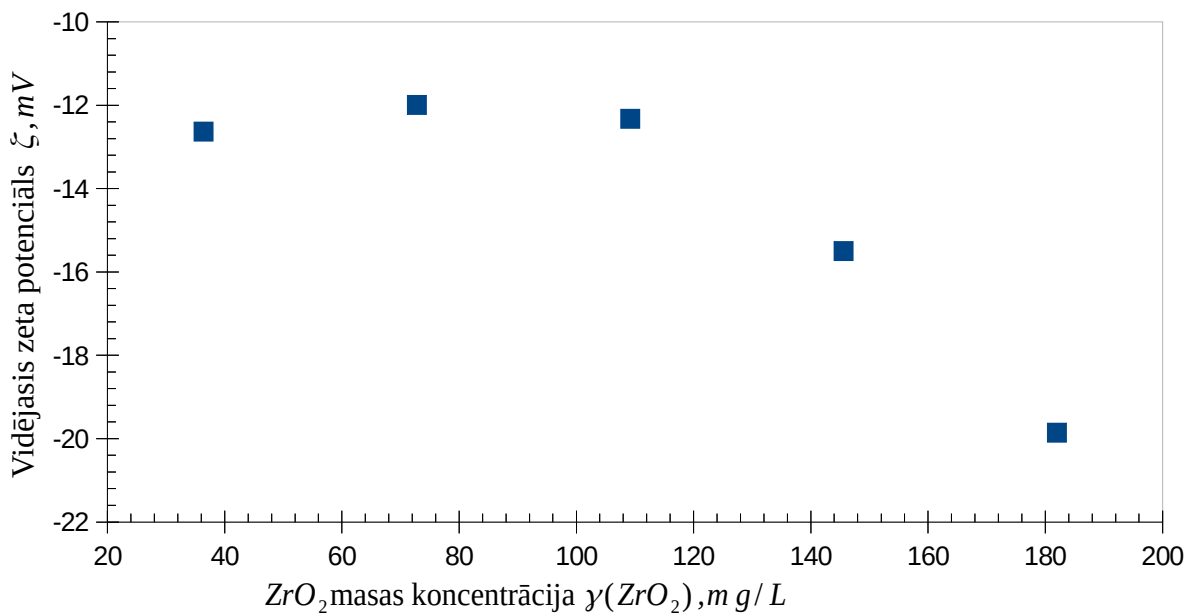
3.9. att. 5CeF1SER, 5CeF2SER un 3CeF2SER sēriju paraugu ZrO_2 daļiņu hidrodinamisko diametru polidispersitātes indeksa atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Sakarības redzamas grafikā. 5CeF1SER, 5CeF2SER un 3CeF2SER sēriju paraugu polidispersitātes indeksi svārstās no desmitiem līdz tūkstošiem procentu.

3.2. iCe5F sērijas mērījumu rezultāti

Šifrs iCe5F nozīmē: šķīdumu sērija, kurās ZrO_2 masas koncentrācija ir 182; 146; 728; 36,4 mg/L. Visos šķīdumos fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M.

Ar ko tika motivēts šis eksperiments. Ja daļiņu koncentrācija ir pārāk liela, tad notiek daudzkārtēja izkliede, ja pārāk maza tad daļiņu daudzums izkļūst telpuma ekperimenta laikā būtiski svārstās, abas parādības traucē noteikt pareizo daļiņu izmēru. Polidispersām daļiņām nav *a priori* metodes, ka noteikt dispersijas optimālo koncentrāciju. Iegūtas DLS diametra vērtības var būt atkarīgi no koncentrācijas. Līdz ar to, optimālo koncentrāciju noteic eksperimentāli [14, 19].

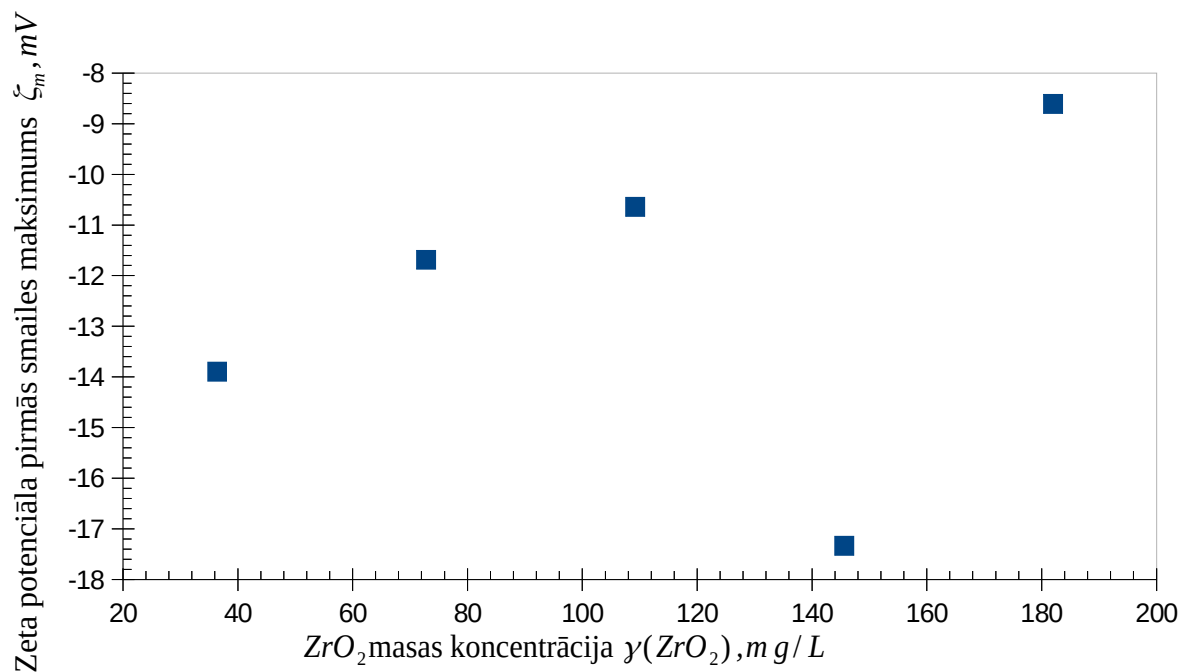


3.10. att. iCe5F sērijas paraugu ZrO₂ daļiņu vidējo zeta potenciālu atkarība no ZrO₂ koncentrācijas

Sakarības redzamas grafikā. Jo lielāka ir ZrO₂ masas koncentrācija, jo lielāks pēc moduļa ir zeta potenciāls.

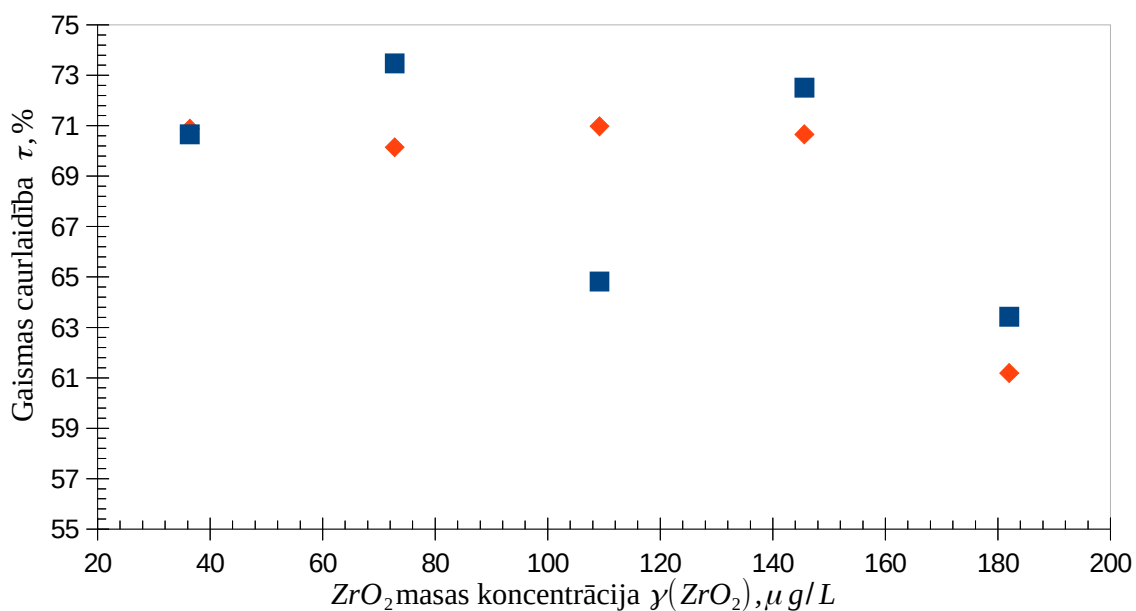
Salīdzinājums ar teoriju. Šajā eksperimentā H₃PO₄ daudzums ir mazs: 10⁻⁴ M, un iespējami, ZrO₂ klātbūtne uz to būtiski ietekmē. Sagaida, ja fosforskābes koncentrācija būtu būtiski lielāka par to, ko spēj adsorbēt ZrO₂, tad zeta potenciālam jābūt neatkarīgam no daļiņu koncentrācijas.

Secinājumi. ZrO₂ ūdens dispersijas masas koncentrācija var būtiski ietekmēt zeta potenciāla rādījumus, ja fosforskābes koncentrācija ir pietiekami maza.



3.11. att. iCe5F sērijas paraugu zeta potenciāla smailes maksimuma atkarība no ZrO₂ koncentrācijas

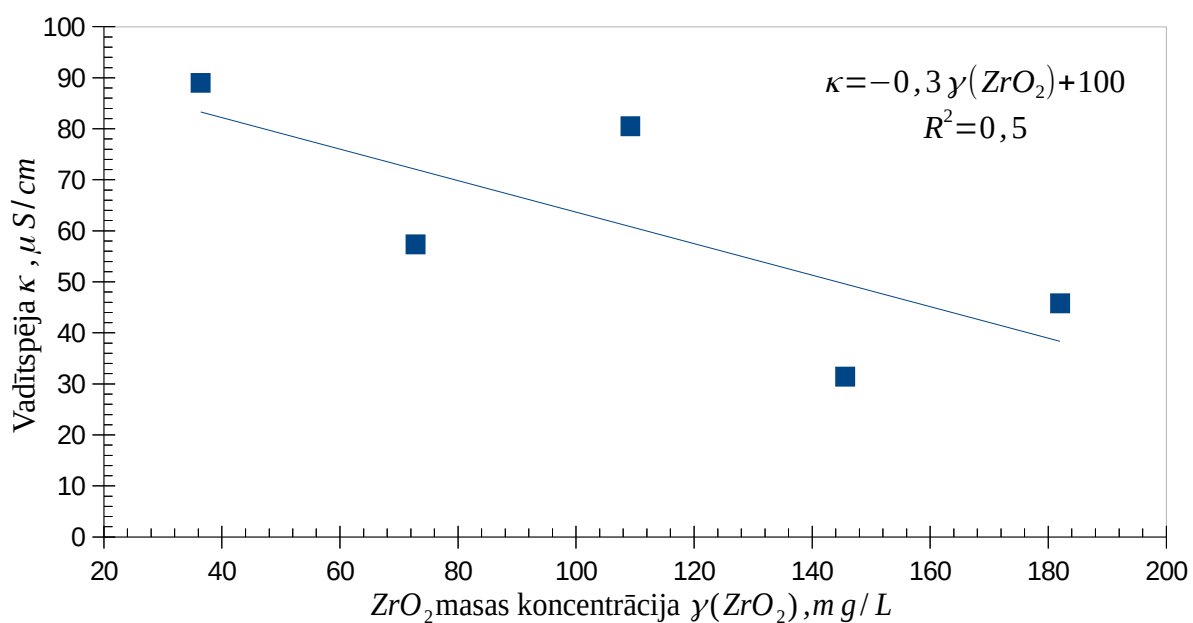
Sakarības redzamas grafikā. Jo lielāk ir ZrO₂ masas koncentrācija jo mazāks pēc moduļa ir zeta potenciāla pirmās smailes maksimums. Šī sakarība pretēja tai, kuru novēro vidēja zeta potenciāla atkarībai no ZrO₂ masas koncentrācijas.



3.12. att. iCe5F sērijas paraug gaismas caurlaidības atkarība no ZrO_2 koncentrācijas

Sakarības redzamas uz grafika. 3Ce1F2SER sērijas paraugu gaismas caurlaidības noteiktas DLS un ELS eksperimentos pilnīgi nesakrīt.

Secinājumi. Tas varētu liecināt par sedimentāciju.

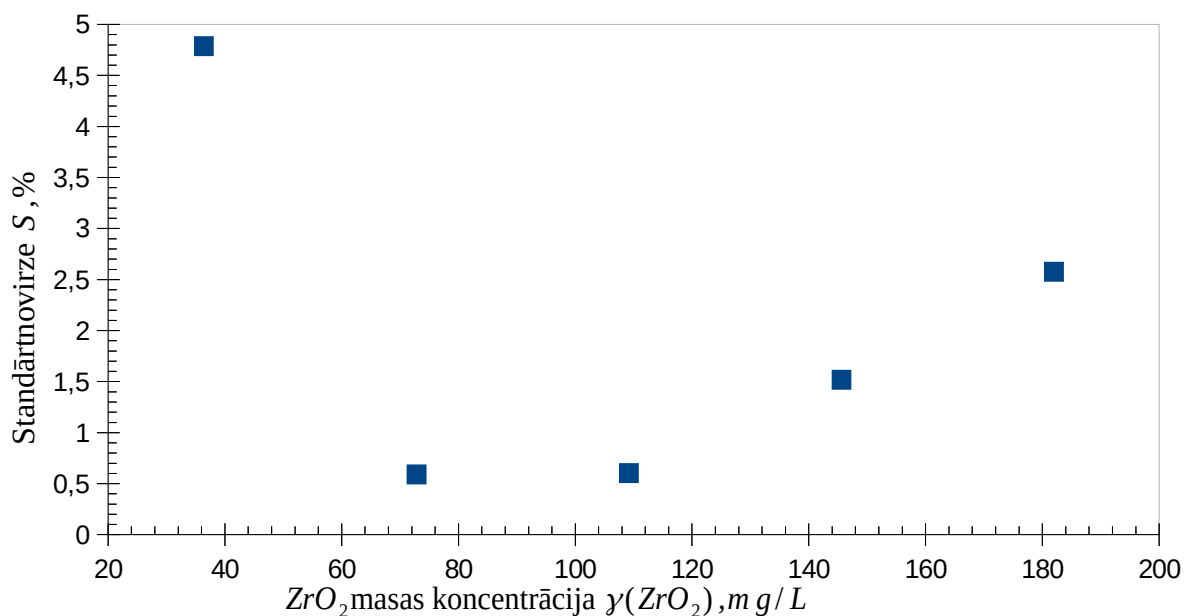


3.13. att. iCe5F sērijas paraug vadītspējas atkarība no ZrO_2 masas koncentrācijas

Sakarības redzamas uz grafika. Ja fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4}M , tad ZrO_2 masas koncentrācijas izmaiņas no $36,4 \mu\text{g}$ līdz $182 \mu\text{g}$, sakarība ir aptuveni lineāra.

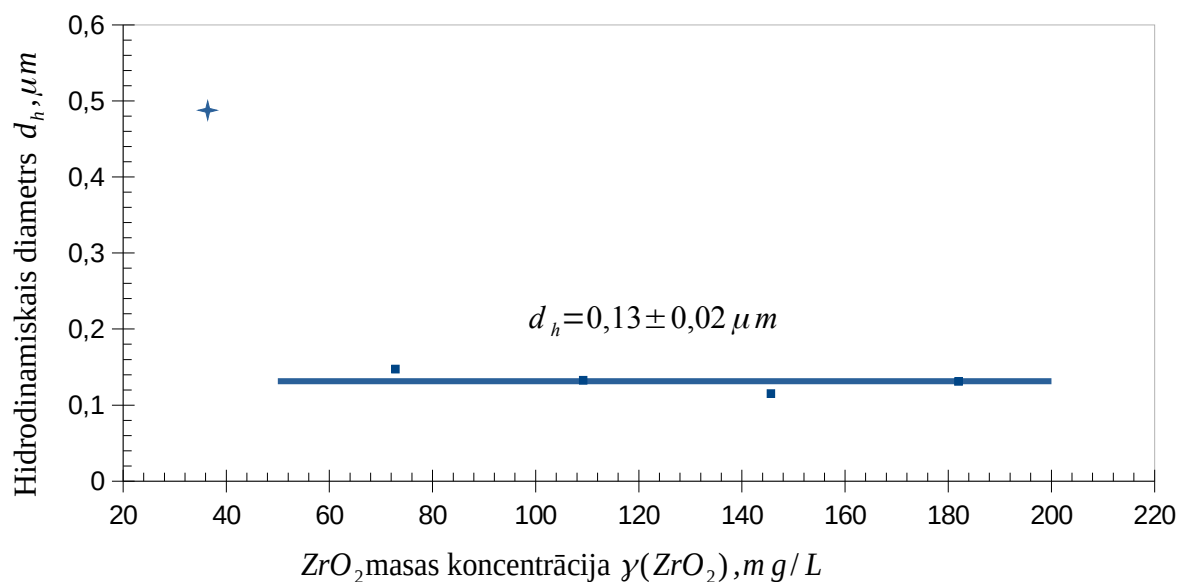
Salīdzinājums ar teoriju. ZrO_2 adsorbē fosforskābi, tā samazina gan fosfātanjonu gan H^+ katjonu daudzumu, tātad arī samazina vadītspējas vērtību.

Secinājumi. Ja fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4}M , tad adsorbēto jonu daudzums uz ZrO_2 ir salīdzināms 10^{-4}M . Sagaida, ka pietiekami palielinot fosforskābes koncentrāciju, vadītspējai ir jākļūst neatkarīgai no pievienota ZrO_2 masas koncentrācijas.



3.14. att. iCe5F sērijas paraugu ZrO_2 daļiņu zeta potenciālu polidispersitātes indeksu atkarība no ZrO_2 koncentrācijas

Sakarības redzamas uz grafika. iCe5F sērijas paraugiem zeta potenciāla standārtnovirze atrodas robežās no 0,5 līdz 5%.



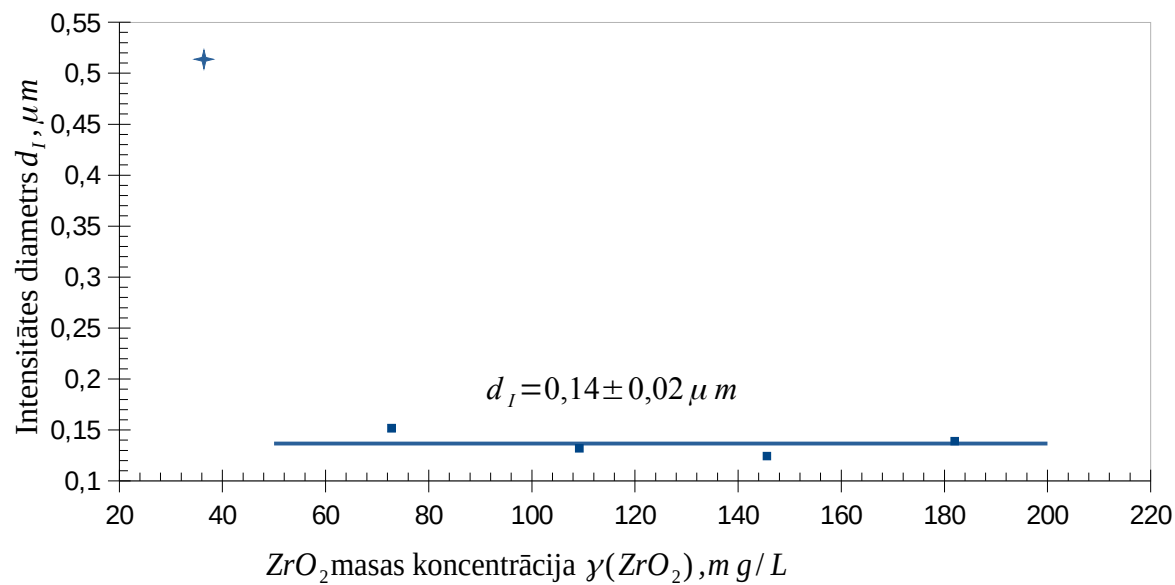
3.15. att. iCe5F sērijas paraugu ZrO₂ daļiņu hidrodinamisku diametru atkarība no ZrO₂ koncentrācijas

Sakarības redzamas grafikā. Paraugam ar vismazāko ZrO₂ koncentrāciju ir būtiski lielāks diametrs nekā citiem, pārējiem ZrO₂ ūdens dispersijas paraugiem intensitātes vidējais diametrs ir aptuveni konstants.

Salīdzinājums ar teoriju. ZrO₂ dispersija sastāv no agregātiem. Sonificējot tie tiek sadalīti. Daļiņu izmēriem ir jāatbilst primāro daļiņu izmēriem. Sagaida ka visos paraugos daļiņu izmērs būs aptuveni vienāds.

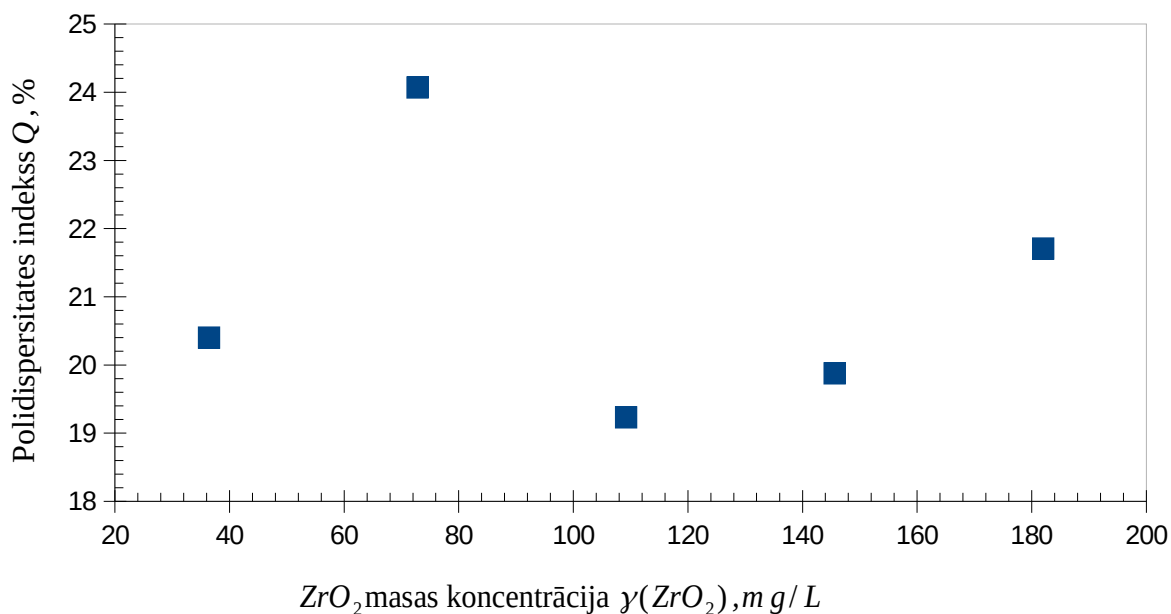
Novērojumi. Veicot citus eksperimentus paraugiem, kur bija ZrO₂ masas koncentrācija 182 $\mu\text{g/L}$, dažkārt bija redzams brīdinājuma, ka parauga koncentrācija neatbilst optimālai, kas netika novērots paraugiem kur bija ZrO₂ masas koncentrācija 109.

Secinājumi. Turpmākiem eksperimentiem ir jāizvēlas ZrO₂ koncentrācijas kas ir robežās no 72,8 līdz 182 $\mu\text{g/L}$, labāk ar 109 $\mu\text{g/L}$.



3.16. att. iCe5F sērijas paraugu ZrO₂ daļiņu intensitātes vidējo diametru atkarība no ZrO₂ koncentrācijas

Sakarības redzamas grafikā. Līdzīgas, ka iepriekšējā grafikā.



3.17. att. iCe5F sērijas paraugu ZrO₂ daļiņu hidrodinamisku diametru polidispersitātes indeksu atkarība no ZrO₂ koncentrācijas

Sakarības redzamas grafikā. iCe5F sērijas paraugiem polidispersitātes indekss mainās 19-24% robežās.

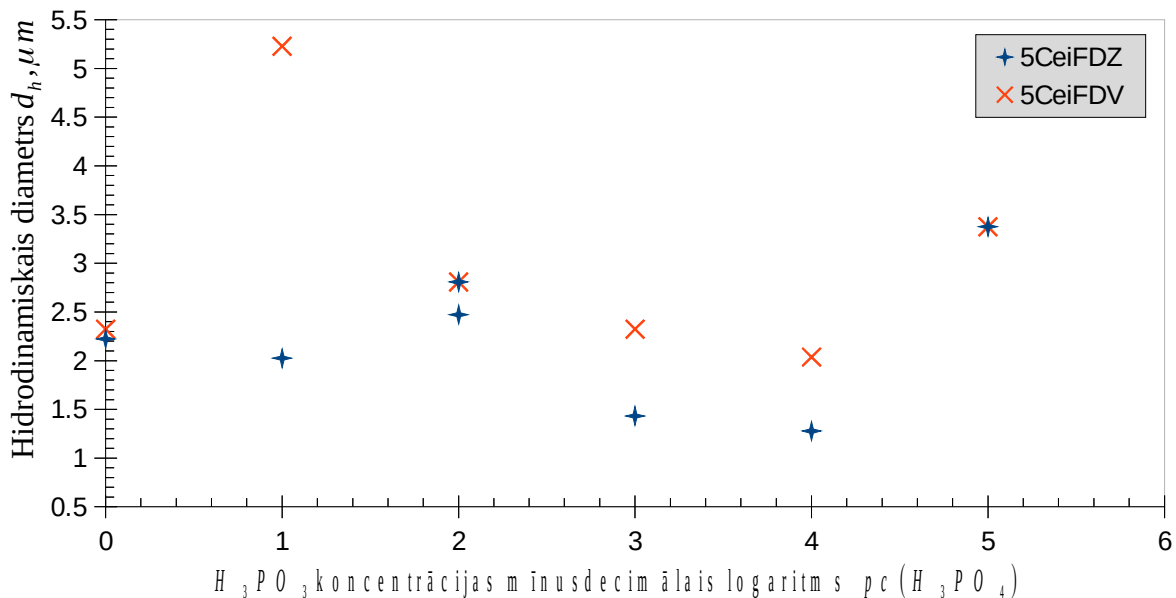
3.3. 5CeFDZ un 5CeFDZV mērījumu sēriju rezultāti

Šifri 5CeFDZ un 5CeFDZV nozīme, attiecīgi:

- 1) Šķīdumu sērija, kur ZrO₂ koncentrācija 182 mg/L, kur mainīja fosforskābes koncentrāciju. Visi šķīdumi atbilst dzesēšanas eksperimentam.
- 2) Šķīdumu sērija, kur ZrO₂ koncentrācija ir 182 mg/L, kur mainīja fosforskābes koncentrāciju. Tie ir šķīdumu, kurus analizēja vēl reiz pēc dzesēšanas eksperimenta.

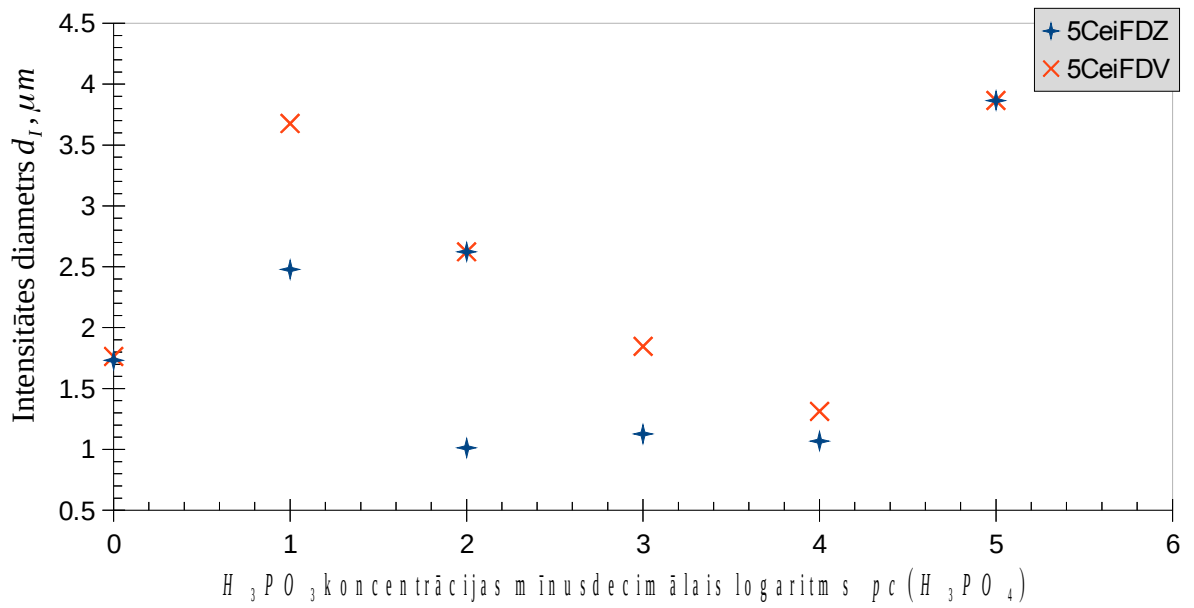
Ar ko tika motivēts šis eksperiments. No iepriekšējo eksperimentu datiem ir redzams, ka palielinoties fosforskābes koncentrācijai pieaug gan daļiņu izmērs gan zeta potenciāls. Sakara ar darba uzdevumu ir jāiegūst daļiņas ar pēc iespējas mazākiem diametriem un pēc iespējas lielākiem zeta potenciāliem. Ka rezdams no iepriekš uzrādītiem datiem, fosforskābe traucē ZrO₂

agregātu sadalīšanos sonifikācijas ietekmē. Var pamēģināt vispirms nosonificēt ZrO_2 un tad pievienot fosforskābi. Ir jādzesē, to tas palielina iespēju, ka eksperimenta laikā daļiņas nespēs saagrigēt. Tika cerēts, ka ZrO_2 daļiņas nespēs saagrigēt, bet spēs adsorbēt fosfātjonus un iegūt augstus pēc moduļa zeta potenciālus.



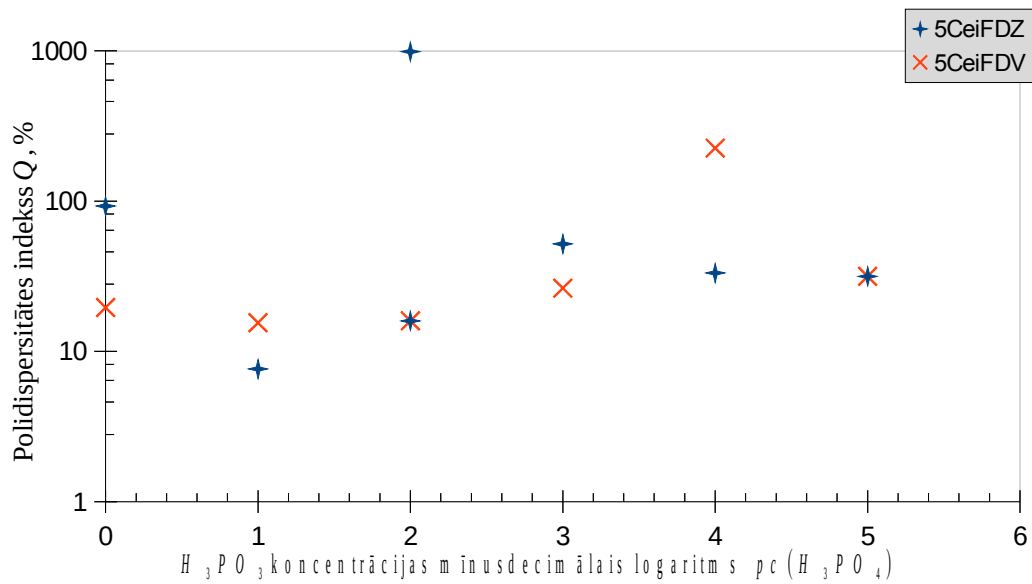
3.18. att. 5CeFDZ un 5CeFDZV sēriju paraugu ZrO_2 daļiņu hidrodinamisku diametru atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Sakarības redzamas grafikā. 5CeFDZ mērījumu sēriju paraugiem, ja fosforskābes koncentrāciju maina no 1M līdz 10^{-5} M, hidrodinamiskie diametri mainās robežās no 1,28 līdz 3,37 μm . Ja tos pašus paraugus uztur 1-2 dienas, un sonificē atkal un atkal veic mērījumus (t. i. tas ir 5CeFDZV sēriju paraugi), hidrodinamiskie diametri vai nu pieaug vai nu ir tādi pat.



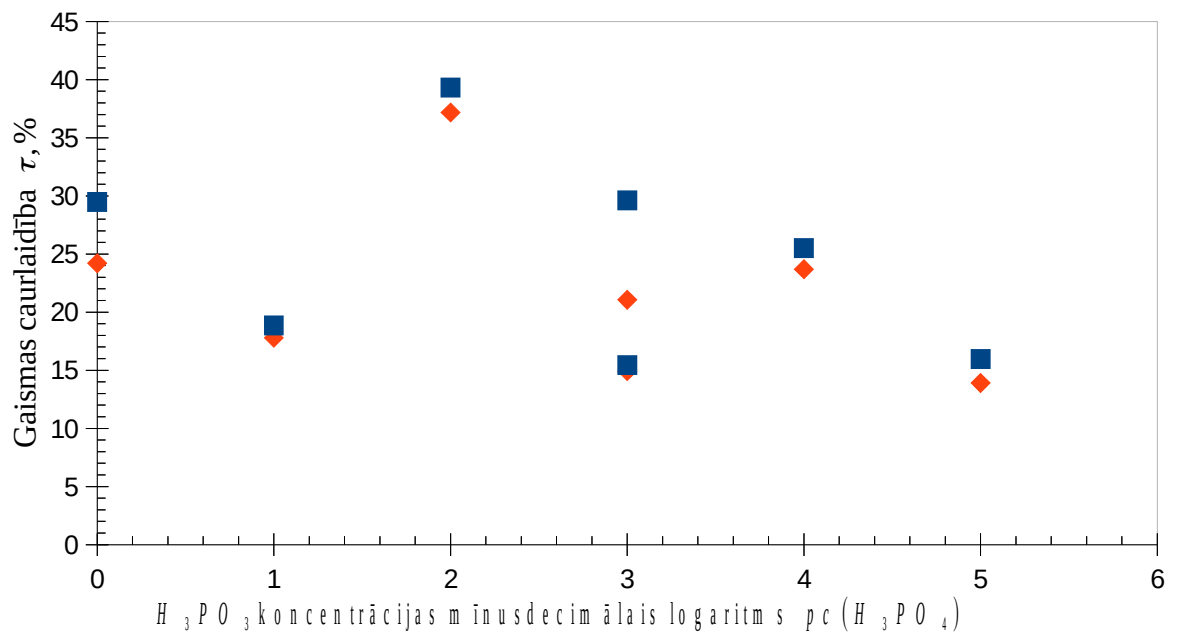
3.19. att. 5CeFDZ un 5CeFDZV sēriju paraugu ZrO_2 daļiņu intensitātes vidējo diametru atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Sakarības redzamas grafikā. Ļoti līdzīgas, ka iepriekšējā grafikā.



3.20. att. 5CeFDZ un 5CeFDZV sēriju paraugu ZrO₂ daļiņu hidrodinamisku diametru polidispersitātes indeksu atkarība no H₃PO₄ koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

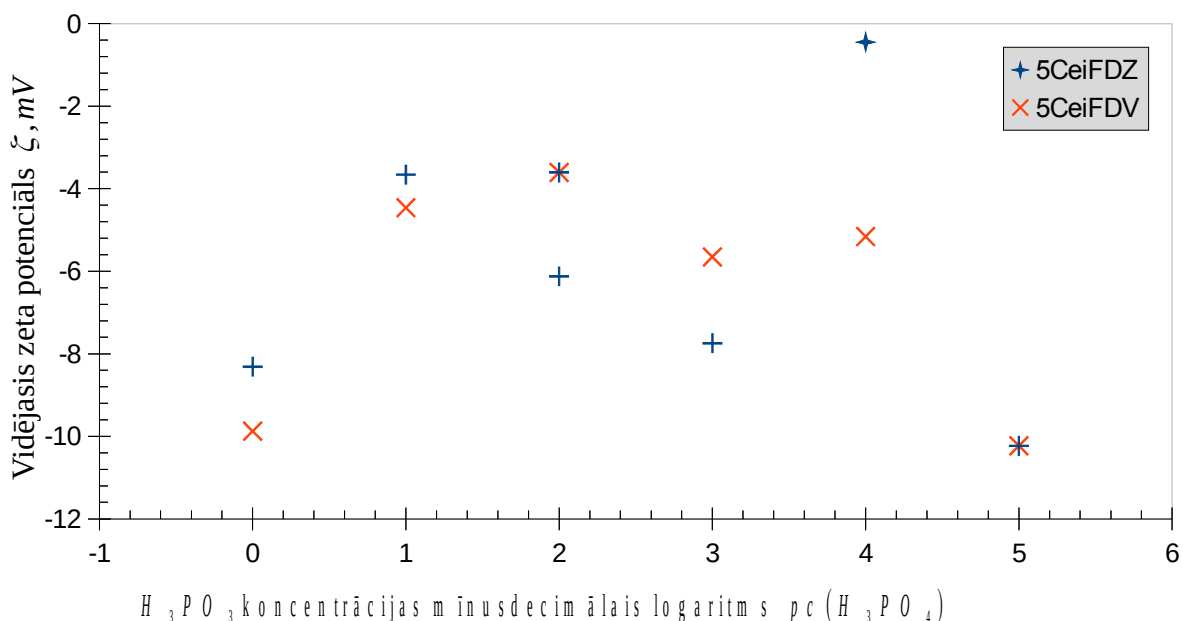
Sakarības redzamas grafikā. 5CeFDZ un 5CeFDZV sēriju paraugu ZrO₂ daļiņu hidrodinamisku diametru polidispersitātes indekss atrodas robežās no dažiem procentiem līdz 1000%.



3.21. att. 5CeFDZ un sērijas paraugu gaismas caurlaidības noteiktas DLS un ELS eksperimentos atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma salīdzinājums

Sakarības rezamas uz grafika. 5CeFDZV sērijas paraugu gaismas caurlaidības noteiktas DLS un ELS eksperimentos pilnīgi nesakrīt.

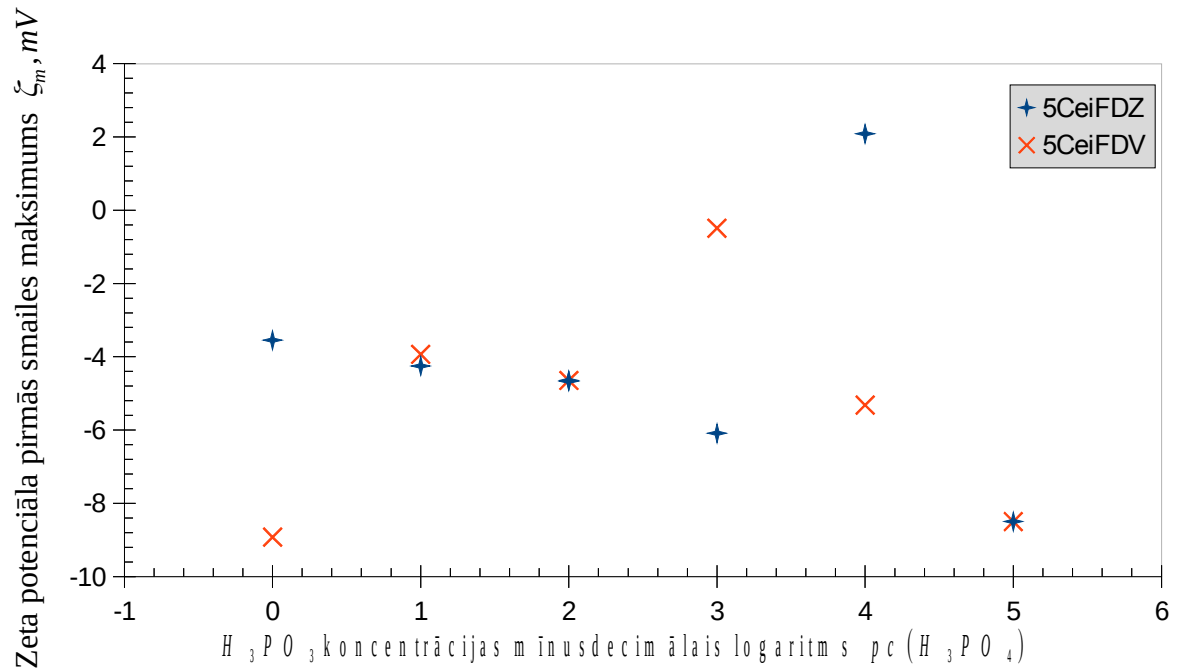
Secinājumi. Tas varētu liecināt par sedimentāciju.



3.22. att. 5CeFDZ un 5CeFDZV sēriju paraugu ZrO_2 daļiņu vidējo zeta potenciālu atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

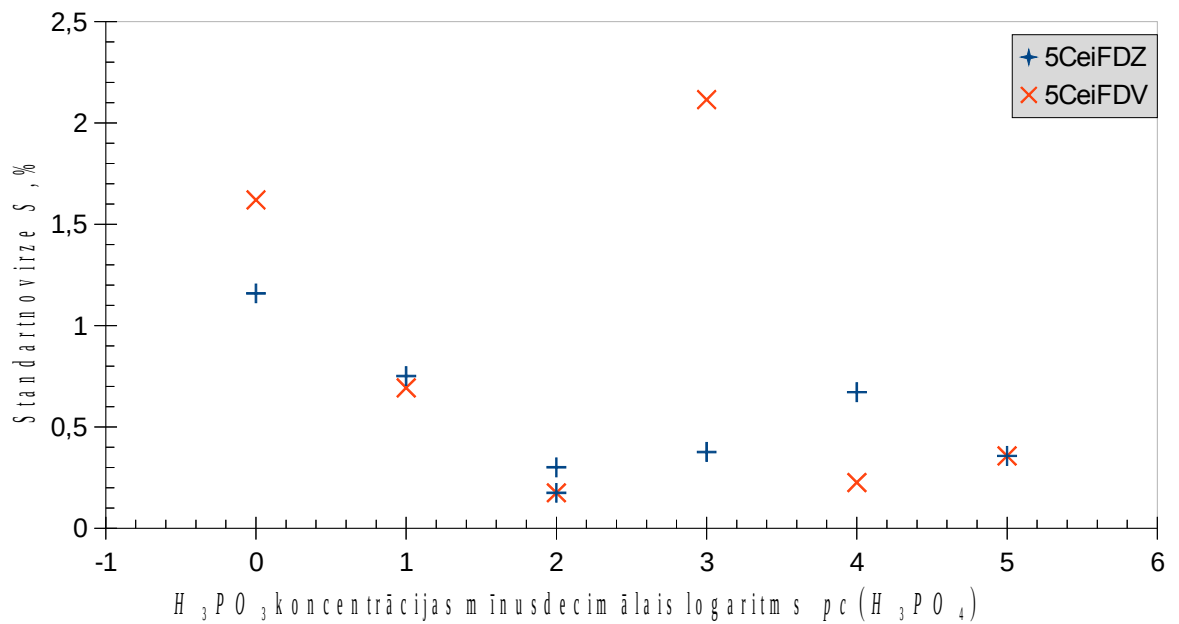
Sakarības redzamas grafikā. 5CeFDZ eksperimentā netika novērota būtiska zeta potenciāla absolūtās vērtības paaugstināšana salīdzinot ar 5CeFDZ, 5CeF1SER, 5CeF2SER eksperimentiem.

Secinājumi. Ja atdzēsētu fosforskābi pievieno nosonificētam un atdzēsētam ZrO_2 , tas būtiski neveicina ZrO_2 daļiņu zeta-potenciāla paaugstināšanos, salīdzinot ar tiem eksperimentiem, kur fosforskābe tika pievienota pirms sonificēšanas, un netika veikta dzēsēšana.

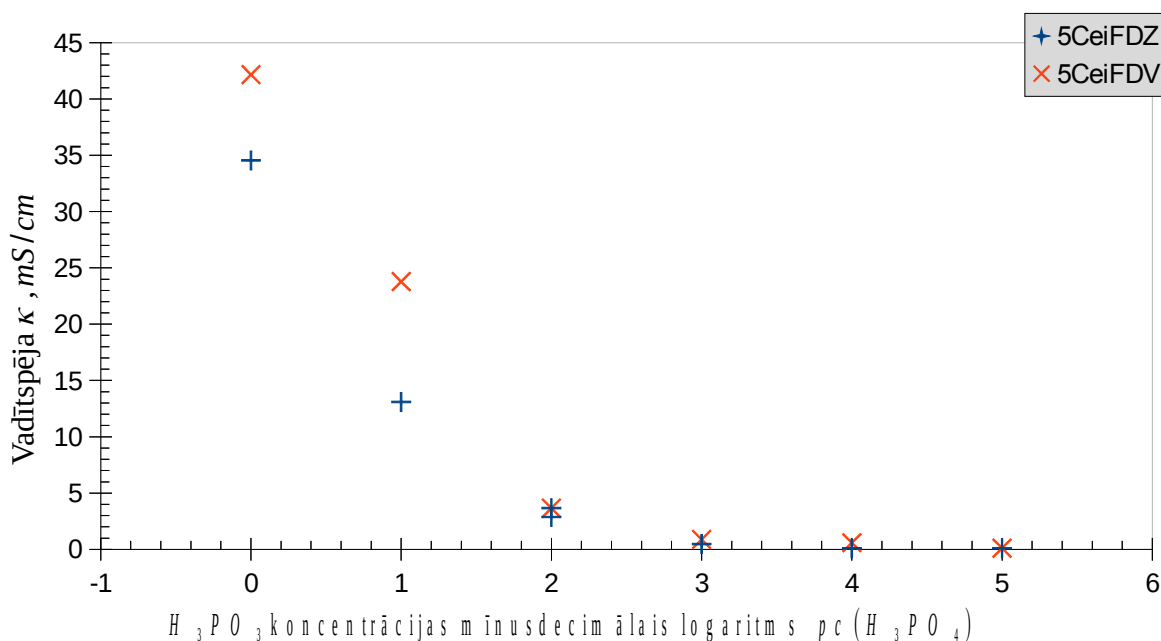


3.23. att. 5CeFDZ un 5CeFDZV sēriju paraugu ZrO_2 daļiņu zeta potenciālu pirmās smailes maksimumu atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Sakarības redzamas grafikā. Līdzīgas ka iepriekš.



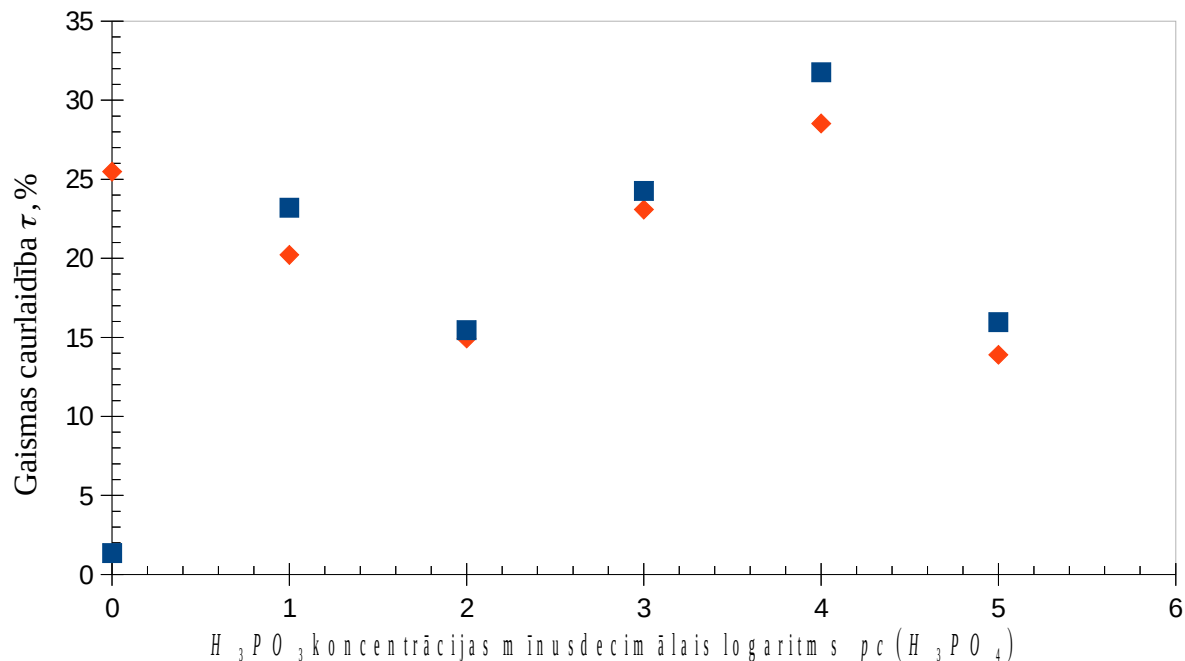
3.24. att. 5CeFDZ un 5CeFDZV sērijas paraugu ZrO_2 daļiņu zeta potenciālu standartnoviržu indeksu atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma



3.25. att. 5CeFDZ un 5CeFDZV sērijas paraugu vadītspējas atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Sakarības redzamas uz grafika. 5CeFDZ un 5CeFDZV sērijas paraugiem ir skaidri saskatāma sakarība starp vadītspēju un H_3PO_4 koncentrācijas rādītāju, tie viedo monotonas līknes: jo lielāks ir fosforskābes koncentrācijas rādītājs jo mazāk ir vadītspēja. 5CeFDZV sērijas mērījumu sērijai pie lielākām fosforskābes koncentrācijām vadītspēja ir lielāka nekā 5CeFDZV mērījumu sērijas paraugiem.

Salīdzinājums ar teoriju. Palielinoties temperatūrai elektrovadītspēja pieaug, tas saskasn ar to atšķirību, elektrovadītspējā, kas redzama starp 5CeFDZ un 5CeFDZ, tie tika analizēti $0\text{ }^\circ\text{C}$ un $25\text{ }^\circ\text{C}$ temperatūrā atbilstoši.



3.26. att. 5CeFDZ sērijas paraugu ZrO_2 daļiņu gaismas caurlaidības DLS un SLS eksperimentos atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Sakarības rezamas uz grafika. 5CeFDZ sērijas paraugu gaismas caurlaidības noteiktas DLS un ELS eksperimentos pilnīgi nesakrīt.

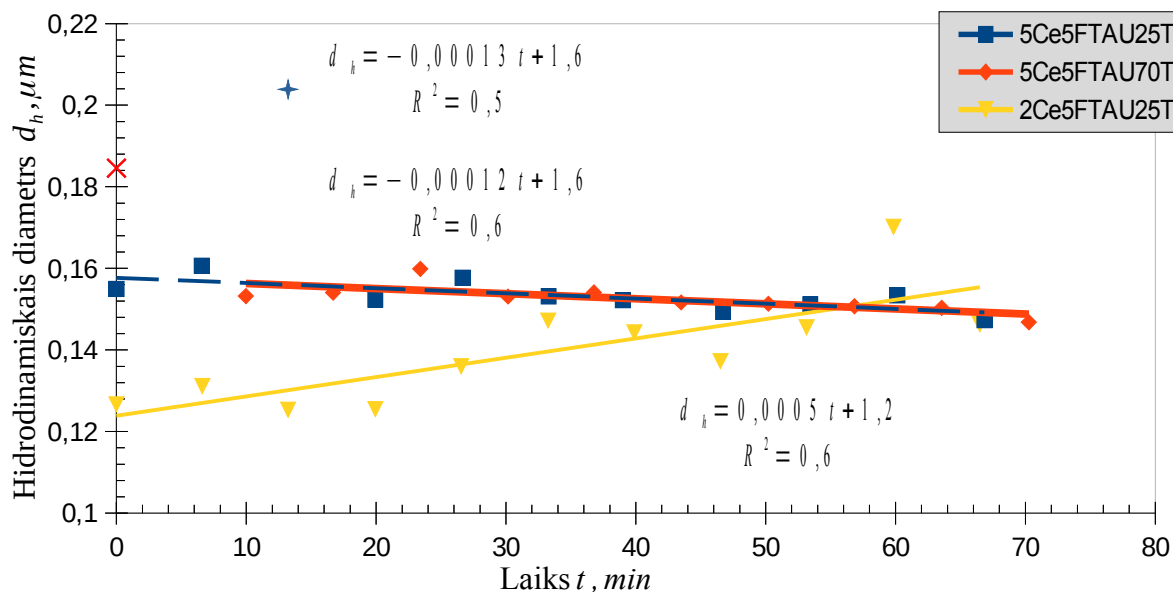
Secinājumi. Tas varētu liecināt par sedimentāciju.

3.4. 2Ce5FTAU25T, 5Ce5FTAU25T, 5Ce5TAUF70T mērījumu sēriju rezultāti

Šifri 2Ce5FTAU25T, 5Ce5FTAU25T, 5Ce5TAUF70T nozīmē, attiecīgi:

- 1) Mērījumu sērija ZrO_2 koncentrācija 72,8 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Temperatūra 25 °C.
- 2) Mērījumu sērija ZrO_2 koncentrācija 182 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Temperatūra 25 °C.

3) Mērījumu sērija ZrO_2 koncentrācija ir 182 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Temperatūra 70 °C.



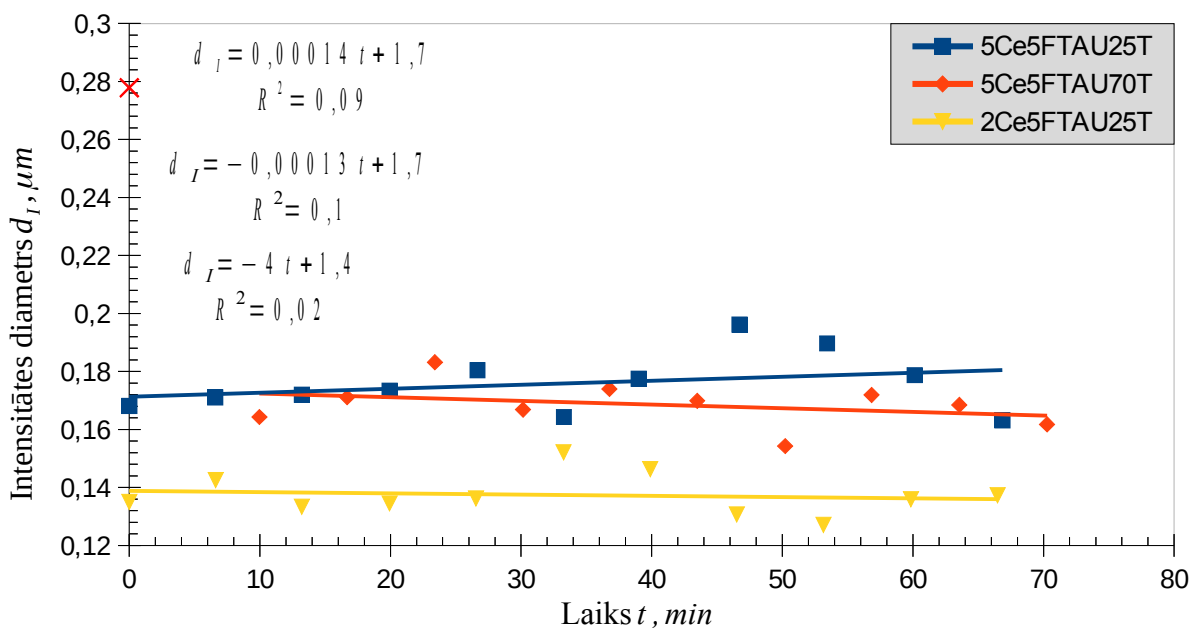
3.27. att. 2Ce5FTAU25T, 5Ce5FTAU25T, 5Ce5FTAU70T sēriju paraugu ZrO_2 daļiņu hidrodinamisku diametru atkarība no šķīduma izturēšanas laika

Sakarības redzamas grafikā. Daļiņu izmērs stundas laika būtiski nemainās.

Salīdzinājums ar teoriju. Palielinoties dispersijas koncentrācijai sagaida, ka palielināsies agregācijas ātrums. Tātad ja koncentretākam ZrO_2 paraugam daļiņu diametrs būtiski nemainās stundas laikā, tad sagaida ka tas pats būs novērojams paraugiem ar mazāku daļiņu koncentrāciju.

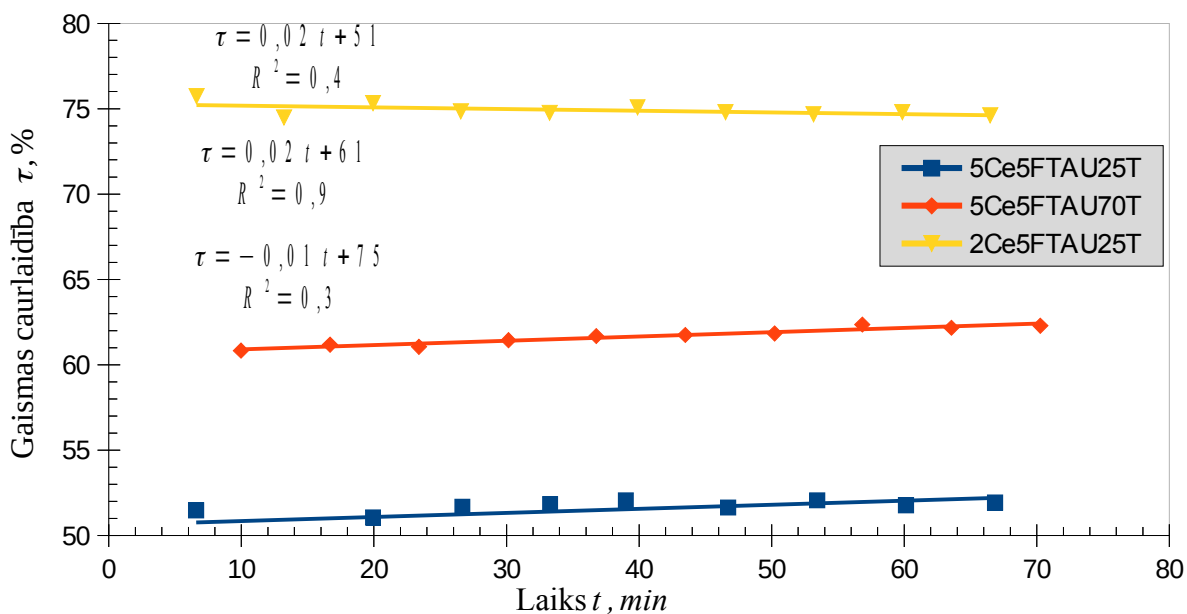
Novērojumi. Stundas laikā paraugiem bija novērojama būtiska nogulsnešanās.

Secinājumi. ZrO_2 dispersijām kuru koncentrācija ir tāda par vai mazāka par 182 mg/L eksperimenta laika ir agregatīvi stabili. Nav nepieciešamības fiksēt laiku starp sonificēšanu un paraugu analīzi.



3.28. att. 2Ce5FTAU25T, 5Ce5FTAU25T, 5Ce5FTAU70T sēriju paraugu ZrO₂ daļiņu intensitātes vidējo diametru atkarība no šķīduma izturēšanas laika

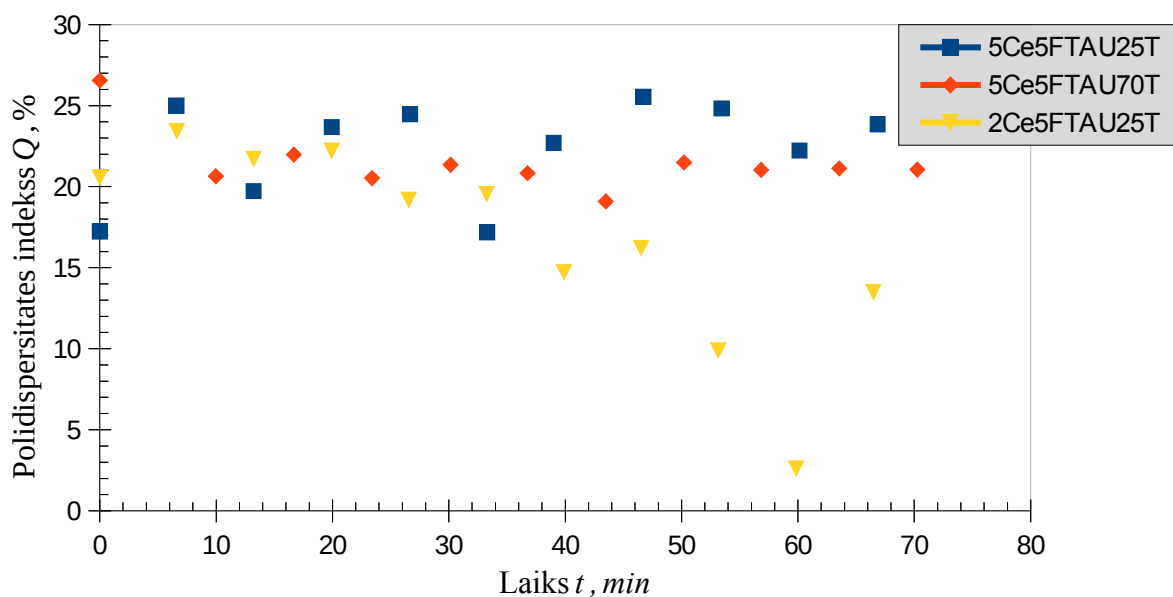
Sakarības redzamas grafikā. Līdzīgas, ka iepriekš.



3.29. att. 2Ce5FTAU25T, 5Ce5FTAU25T, 5Ce5FTAU70T sēriju paraugu gaismas caurlaidību atkarība no šķīduma izturēšanas laika

Sakarības redzamas grafikā. Paraugu turbiditāte būtiski nemainās stundas laikā.

Secinājums. Tas norāda uz to, ka paraugos ar 10^{-4} M fosforskābes saturu laiku no sonificēšanas līdz analīzet nav nepieciešanas fiksēt.



3.30. att. 2Ce5FTAU25T, 5Ce5FTAU25T, 5Ce5FTAU70T sēriju paraugu ZrO₂ daļiņu hidrodinamisku diametru polidispersitātes indeksu atkarība no šķīduma izturēšanas laika

Sakarības redzamas uz grafika. 182 mg/L paraugiem 25 °C un 75 °C temperatūrā polidispersitātes indeksi ir aptuveni konstantu stundas laikā un svārstās 18-27% robežās.

72,8 mg/L paraugam 25°C temperatūrā palielinoties laikam no eksperimenta sākuma samazinās polidispersitātes indekss.

Novērojumi. Stundas laikā bija manāma būtiska sedimentācija

Salīdzinājums ar teoriju. Daļiņas ar lielākajiem diametriem nogulsņējas ātrāk nekā mazākas daļiņas. Līdz ar to sadalījums kļūst šaurāks. Polidispersitātes indekss ir daļiņu

intensitātes sadalījuma platuma raksturlielums. Tātad polidispersitātes indeksa samazināšanās ir sagaidāma.

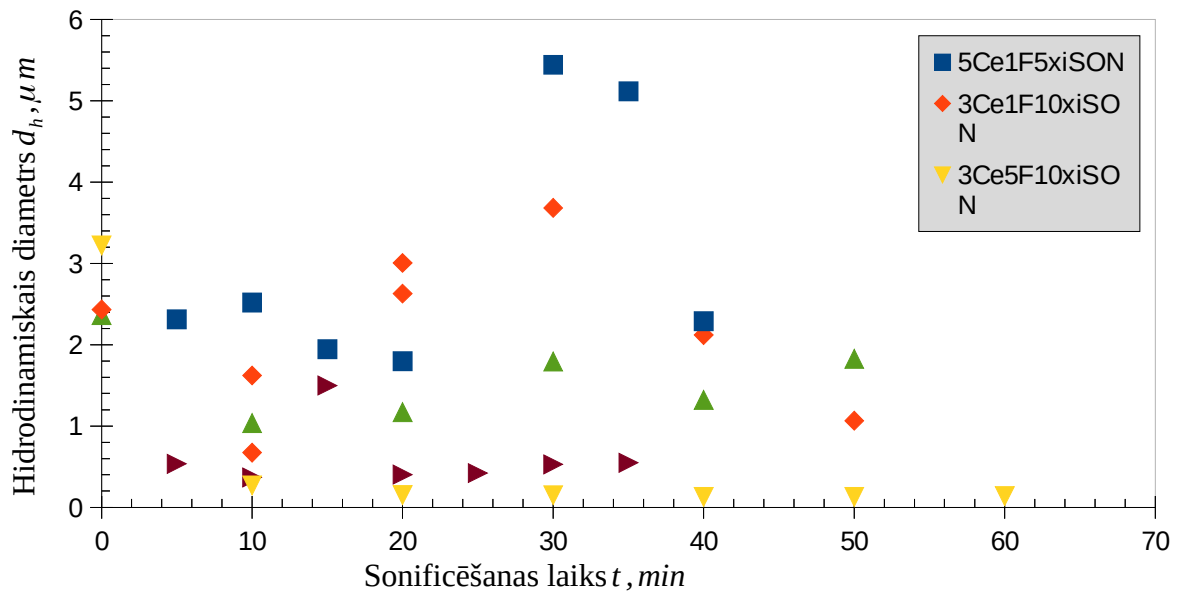
Secinājumi. 182 mg/L un 72,8 mg/L paraugi ir agregatīvi stabili stundas laikā, bet tie nav sedimentatīvi stabili.

3.5. 5Ce1F5xiSON, 3Ce1F10xiSON, 3Ce5F10xiSON, 1Ce5F10xiSON un 5Ce5F5xiSON mērījumu sēriju rezultāti

Šifri 5Ce1F5xiSON, 3Ce1F10xiSON, 3Ce5F10xiSON, 1Ce5F10xiSON un 5Ce5F5xiSON nozīmē, attiecīgi:

- 1) Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija ir 182 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 1M. Visi šķīdumi atbilst dzesēšanas eksperimentam. Sonifikācijas laiku palielināja ar intervālu 5 min.
- 2) Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija ir 109 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 1M. Visi šķīdumi atbilst dzesēšanas eksperimentam. Sonifikācijas laiku palielināja ar intervālu 10 min.
- 3) Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija ir 109 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Visi šķīdumi atbilst dzesēšanas eksperimentam. Sonifikācijas laiku palielināja ar intervālu 10 min.
- 4) Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija 36,4 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Visi šķīdumi atbilst dzesēšanas eksperimentam. Sonifikācijas laiku palielināja ar intervālu 10 min.
- 5) Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija 182 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Visi šķīdumi atbilst dzesēšanas eksperimentam. Sonifikācijas laiku palielināja ar intervālu 5 min.

Ar ko tika motivēts šis eksperiments. Iepriekšējos eksperimentos iegūtie daļiņu izmēri ir lielāki par 100 nm. Tajos paraugos, kuros bija pietiekami liela fosforskābes koncentrācija, daļiņas bija būtiski lielākas nekā tiem paraugiem, kuros bija maza fosforskābes koncentrācija. Vai palielinot sonifikācijas laiku varēs samazināt daļiņu intensitātes diametrus? Vai fosforskābes traucējoša uz sonifikācijas efektivitāti ietekme var tikt novērsta palielinot sonifikācijas laiku?



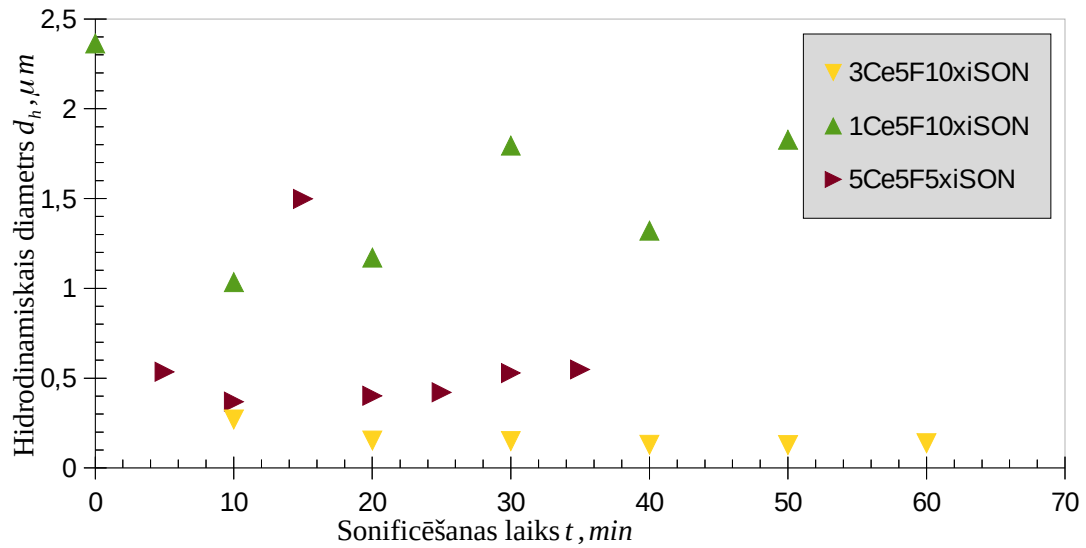
3.31. att. 5Ce1F5xiSON, 3Ce1F10xiSON, 3Ce5F10xiSON, 1Ce5F10xiSON un 5Ce5F5xiSON mērijumu sēriju hidrodinamisko diametru atkarība no sonificēšanas laika

Sakarības redzamas grafikā. Daļiņu izmēri paraugiem ar 10^{-4} M fosforskābes saturu parasti ir mazāki nekā daļiņu izmēri paraugos ar 1 M fosforskābes saturu. Daļiņu izmēri paraugiem fosforskābes saturu 10^{-4} M pirmajās 10 min no sonifikācijas sākuma būtiski mainās. 1M paraugiem daļiņu hidrodinamiskais diametrs svārstījās būtiski lielākās robežās nekā e5F paraugiem.

Pēc 20 min sonifikācijas 10^{-4} M paraugiem daļiņu hidrodinamiski diametri ir būtiski mazāki par hidrodinamiskiem diametriem 1 M paraugos, tas ir robežās no 0,1 līdz 1 μm .

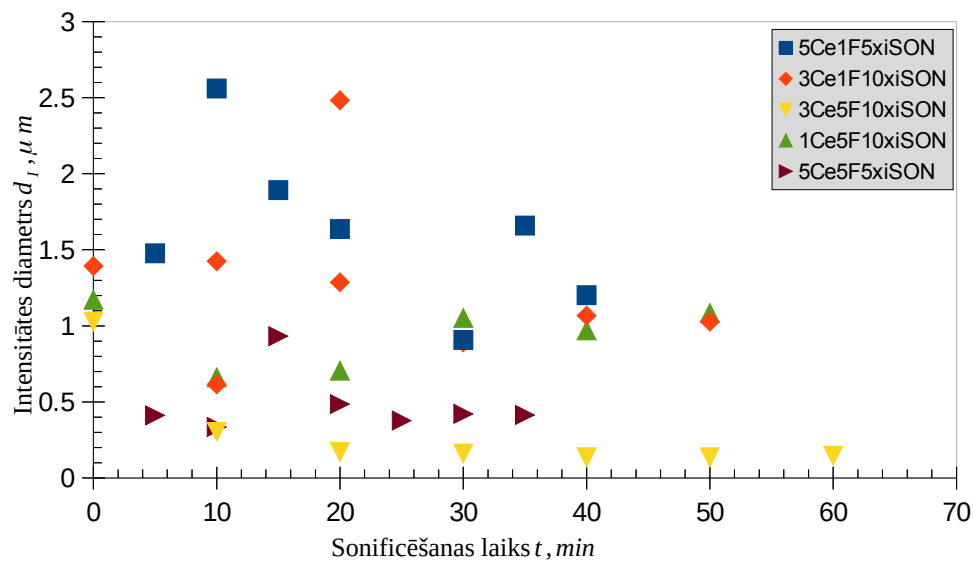
Novērojumi. 182 mg/L paraugi, vizuāli, bija manāmi duļķaināki par 109 mg/L paraugiem. 182 mg/L paraugiem bieži bija brīdinājums, ka koncentrācija var būt nepiemērota, kas nebija vērojams 109 mg/L paraugiem.

Secinājumi. Ir jāatkārto eksperiments, ņemot mazākus sonificēšanas laika pieauguma intervālus, vislabāk 3Ce5F. Fosforskābes traucējoša ietekme uz daļiņu dezagregāciju sonifikācijas ietekmē nevar tikt novērsta palielinot sonifikācijas laiku.



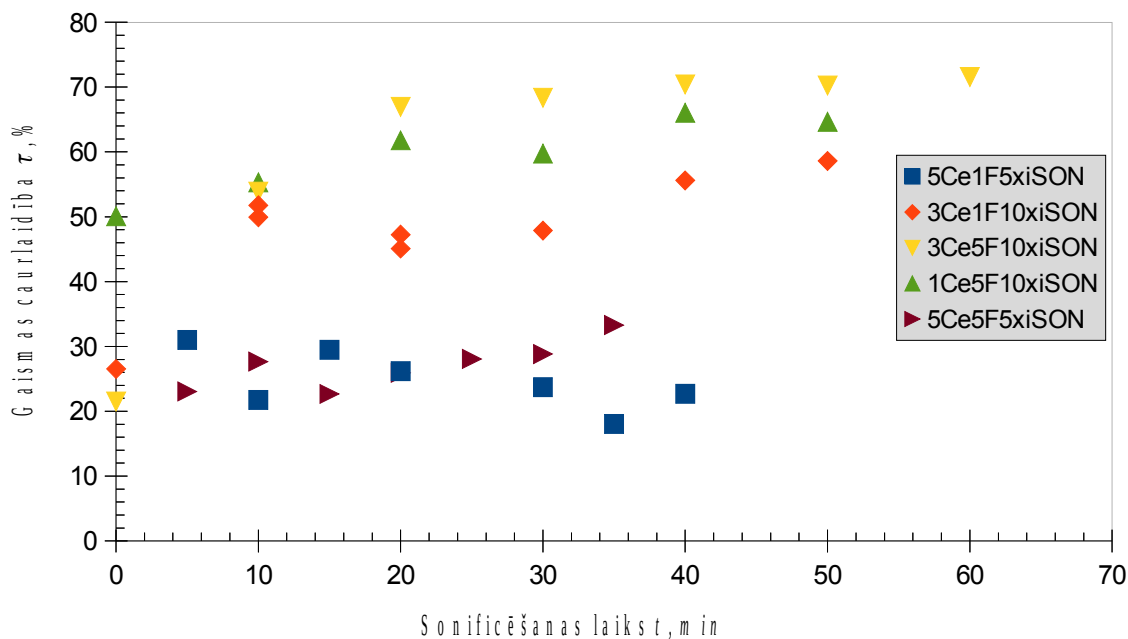
3.32. att. 3Ce5F10xiSON, 1Ce5F10xiSON un 5Ce5F5xiSON mērījumu sēriju hidrodinamisko diametru atkarība no sonificēšanas laika (tuvināts)

Sakarības redzamas grafikā. Ir skaidri saskatāma tendence: hidrodinamiskais diametrs monotoni samazinās palielinoties sonificēšanas laikam. Vislielākās izmaiņas ir pirmajās 20 minūtēs.



3.33. att. 5Ce1F5xiSON, 3Ce1F10xiSON, 3Ce5F10xiSON, 1Ce5F10xiSON un 5Ce5F5xiSON mērijumu sēriju intensitātes diametru atkarība no sonificēšanas laika

Sakarības redzamas grafikā. Līdzīgas ka hidrodinamiskiem diametriem.



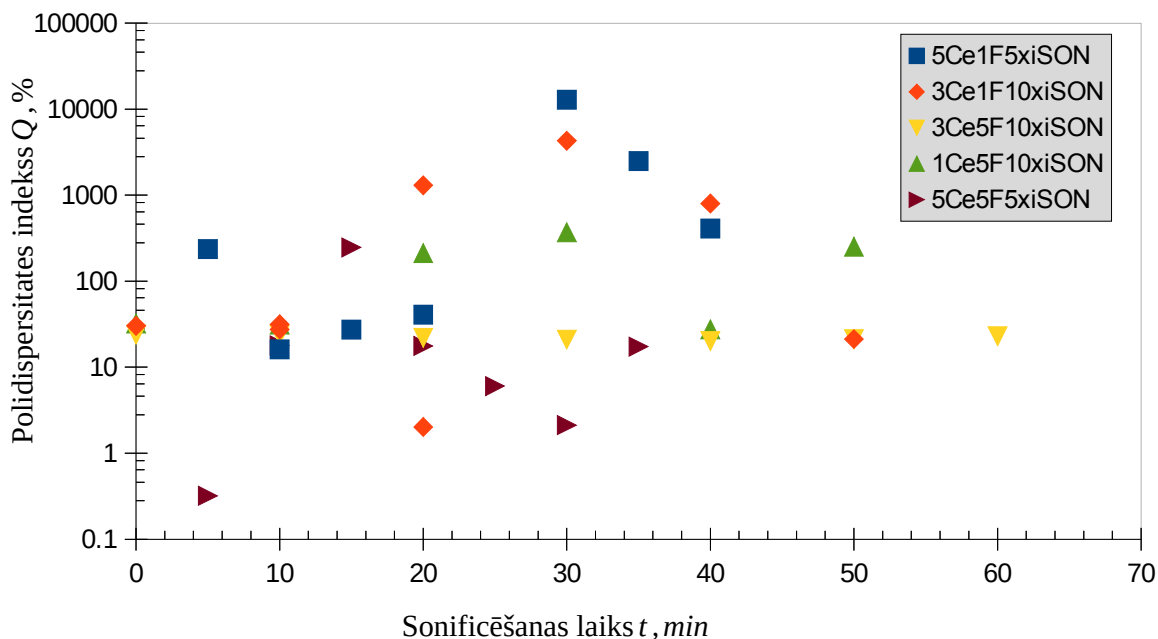
3.34. att. 5Ce1F5xiSON, 3Ce1F10xiSON, 3Ce5F10xiSON, 1Ce5F10xiSON un 5Ce5F5xiSON mērijumu sēriju gaismas caurlaidības atkarība no sonificēšanas laika

Sakarības redzamas grafikā. Visām mērijumu sērijām pēc 20 min sonificēšanas ir aptuveni lineāra sakarība starp sonificēšanas laiku un gaismas caurlaidību. 5Ce1F5xiSON, 5Ce5F5xiSON sērijām ir mazākas gaismas caurlaidības nekā 3Ce1F10xiSON, 3Ce5F10xiSON un 1Ce5F10xiSON sērijām.

Salīdzinājums ar teoriju. Tas, ka 5Ce1F5xiSON, 5Ce5F5xiSON sērijām ir mazākas gaismas caurlaidības nekā 3Ce1F10xiSON, 3Ce5F10xiSON un 1Ce5F10xiSON sērijām, tas saskan ar to, ka koncentrētākām suspensijām ir mazāka gaismas caurlaidība.

Novērojumi. 5Ce5F, 1Ce5F un 3Ce5F paraugiem, ja tos sonificējot ilgāk par 20 min bija novērots, ka tie tika dzidrāki un dzidrāki, līdz kļuva gandrīz caurspīdīgi. 5Ce5F, 1Ce5F mērijumu

sērijām tas nesaskan ar sakarībām, redzām uz grafika. 3Ce5F mērījumu sērijas tas saskan ar to kas ir redzams grafikā.



3.35. att. 5Ce1F5xiSON, 3Ce1F10xiSON, 3Ce5F10xiSON, 1Ce5F10xiSON un 5Ce5F5xiSON mērījumu sēriju hidrodinamisko diametru polidispersitātes indeksu atkarība no sonificēšanas laika

Sakarības redzamas grafikā. 5Ce1F5xiSON, 3Ce1F10xiSON, 3Ce5F10xiSON, 1Ce5F10xiSON un 5Ce5F5xiSON mērījumu sēriju hidrodinamisko diametru polidispersitātes indeksi atrodas robežās no dažiem procentiem līdz tūkstošiem procentu.

3.6. 5C0F2xiSON, 3Ce5F2xiSON, 5Ce5F2xiSON mērījumu sēriju rezultāti

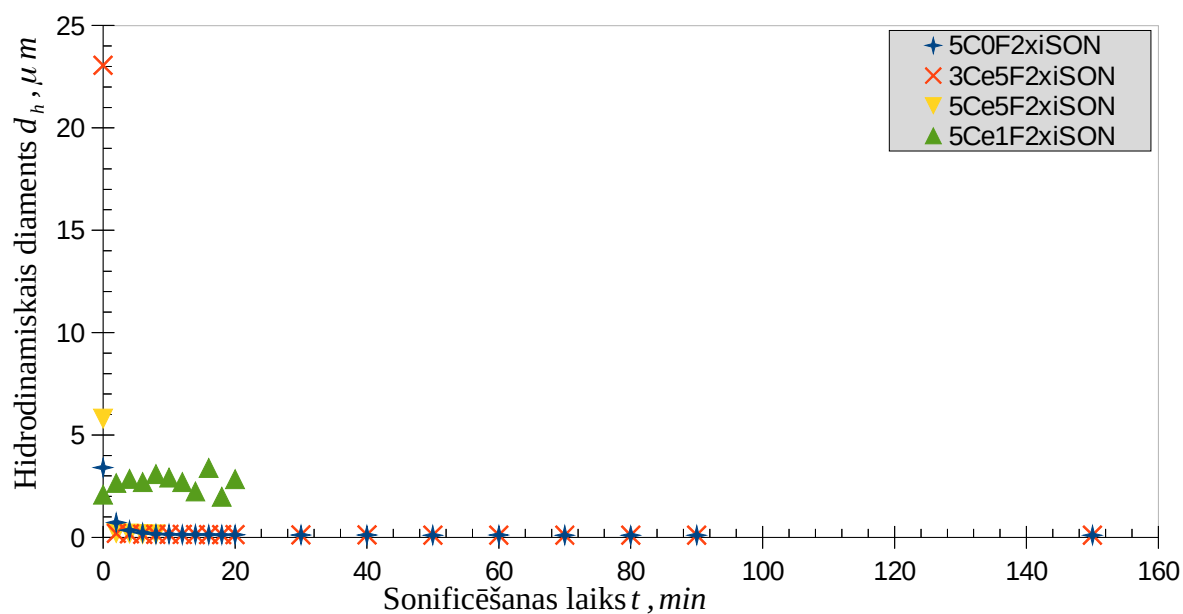
Šifri 5C0F2xiSON, 3Ce5F2xiSON, 5Ce5F2xiSON nozīmē, attiecīgi:

- 1) Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija 182 mg/L, kur fosforskābe nav pielikta. Sonifikācijas laiku saka palielināt ar intervālu 2 min.

2) Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija 109 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Sonifikācijas laiku saka palielināt ar intervālu 2 min.

3) Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija ir 182 mg/L, kur fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} M. Sonifikācijas laiku saka palielināt ar intervālu 2 min.

Ar ko tika motivēts šis eksperiments. Tika veikti līdzīgi eksperimenti, kurā laika intervāls bija 5-10 min. Tika pamanīts, ka daļiņu izmēri būtiski mainās pirmajās 20 min. Tika nolemts atkārtot mērījumus izvēloties mazāku laika intervālu.



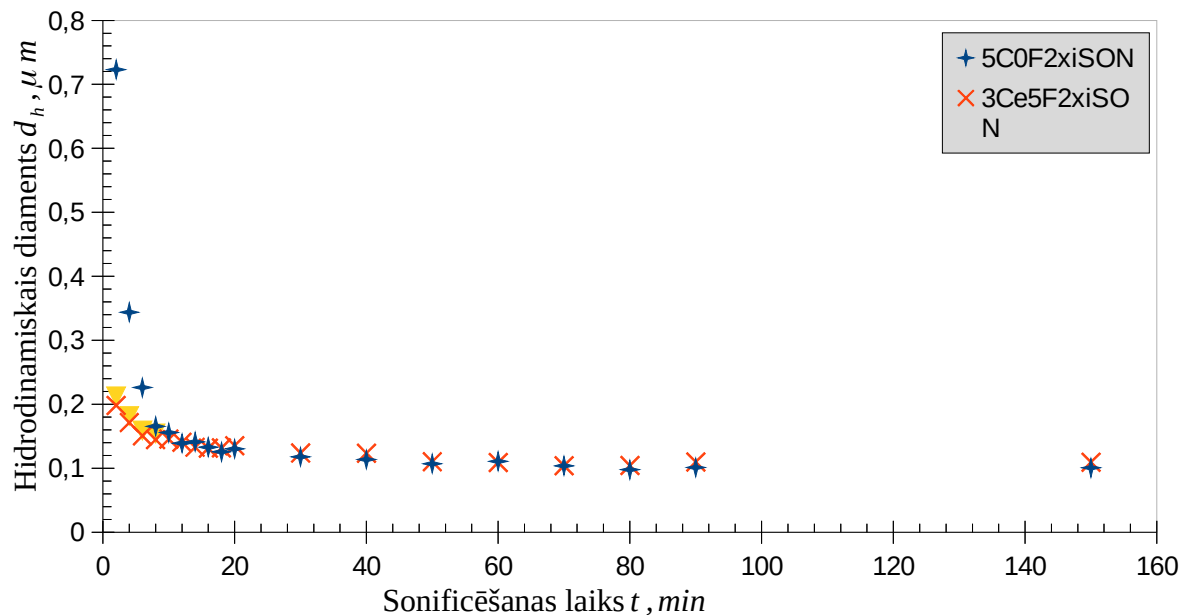
3.36. att. 5C0F2xiSON, 3Ce5FxiSON, 5Ce5F2xiSON un 5Ce1F2xiSON sēriju paraugu hidrodinamisko diametru atkarība no sonifikācijas laika

Sakarības redzamas grafikā. Daļiņu izmērs sonificētajiem 3Ce5FxiSON, 5Ce5F2xiSON paraugiem kļūst būtiski mazāks jau pēc 2 min sonificēšanas. Ir funkcionāla sakarība starp daļiņu hidrodinamisku diametru un sonificēšanas laiku, eksperimentālie punkti veido līkni, punkti būtiski nesvārstās ap to.

Sonificējot 5Ce1F paraugu 20 min laikā, netika novērots daļiņu izmēru samazinājums, tas svārstījās ap 2-4 vērtību.

Secinājums. Fosforskābe traucē ZrO_2 sonifikācijas izraisītai daļiņu samazināšanai.

Fosforskābes traucējoša ietekme uz daļiņu dezagregāciju sonifikācijas ietekmē nevar tikt novērsta palielinot sonifikācijas laiku. Nav vērts sonificēt paraugus ilgāk par 20 min.



3.37. att. 5C0F2xiSON, 3Ce5FxiSON un 5Ce5F2xiSON sēriju paraugu hidrodinamisko diametru atkarība no sonifikācijas laika (palielināts)

Sakarības redzamas grafikā. Daļiņu izmērs sonificētiem 5C0F2xiSON un 5Ce5F2xiSON paraugiem būtiski mainās 20 min no sonificēšanas laika. Šiem paraugiem optimālais sonificēšanas laiks ir 20 min. Ja sonificēšanas laiku palielina no 20 min līdz 3h, tas būtiski neietekmē uz daļiņu izmēru. Paraugiem, kuriem fosforskābes saturs ir 10^{-4} M sonificēšanas izraisīta daļiņu sadalīšana notiek nedaudz ātrāk, bet pēc 20 min sonificēšanas 5C0F2xiSON un 5Ce5F2xiSON paraugiem ir aptuveni viens un tas pats daļiņu izmērs.

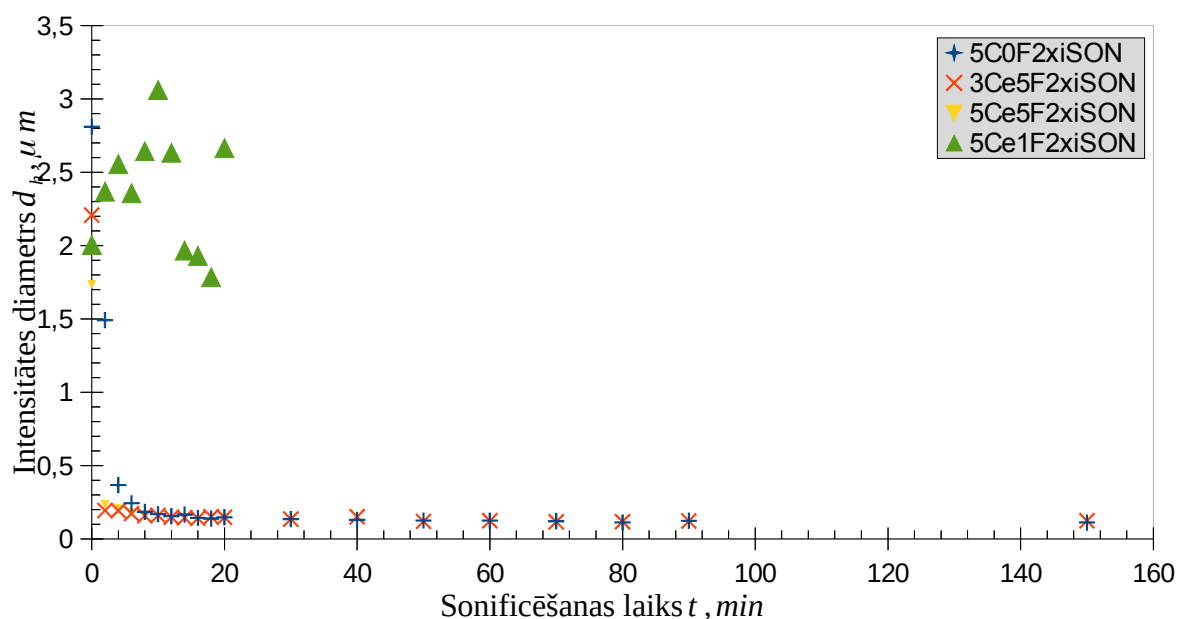
Secinājums. Ir skaidri saskatāma sakarība starp sonificēšanas laiku un daļiņu izmēriem. Sonificēšanas apstākļi var būtiski ietekmēt hidrodinamiska diametra datus. Tas norāda uz to ka tādi parametri, ka ultraskaņas vannas modelis, vai varbūt, pievienotā ūdens daudzums var būtiski ietekmēt rezultātus. Ja skatās uz daļiņu izmēra atkarību mainot kaut kādu faktoru, tas faktors var ietekmēt ne vis uz daļiņu galējo izmēru bet uz agregātu sasmalcināšanas ātrumu. Šo iespējamo ietekmi var novērst sonificējot paraugus pietiekami ilgi.

Iegūtie dati atbalsta spriedumu, ka ZrO_2 daļiņu izmēru atšķirība no tās vērtības kas ir uz ZrO_2 suspensijas iepakojuma ir saistīta ar agregātu veidošanos.

Salīdzinājums ar citiem avotiem. Uz ZrO_2 pudeles rakstīts, ka $d_{BET} < 100 \text{ nm}$. No SEM datiem ir redzams, ka daļiņu izmēru karta ir ap 100 nm. Literatūrā ir dati, ka citādi iegūtiem ZrO_2 daļiņām sonificējot iegūst mazākas ~30 nm daļiņas[64].

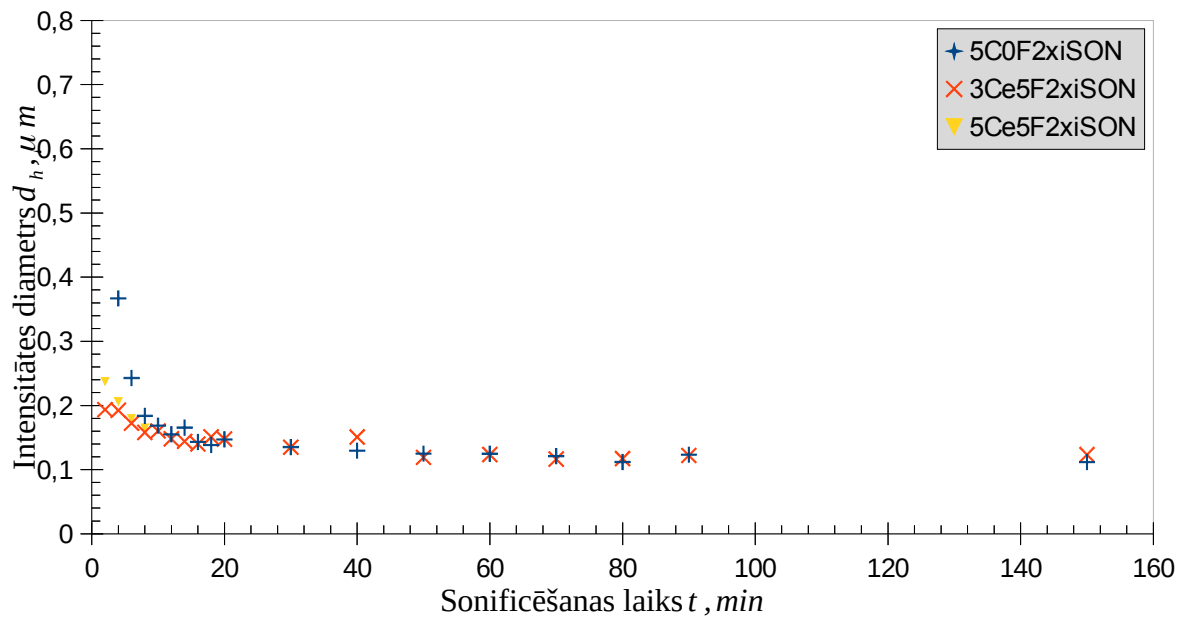
Tas atbalsta spriedumu, ka sonifikācija palīdz sadalīt agregātu, bet nesadala primārās daļiņas.

[1P.2] publikācijā tika iegūtas daļiņas ar 10-50 nm TEM diametriem.



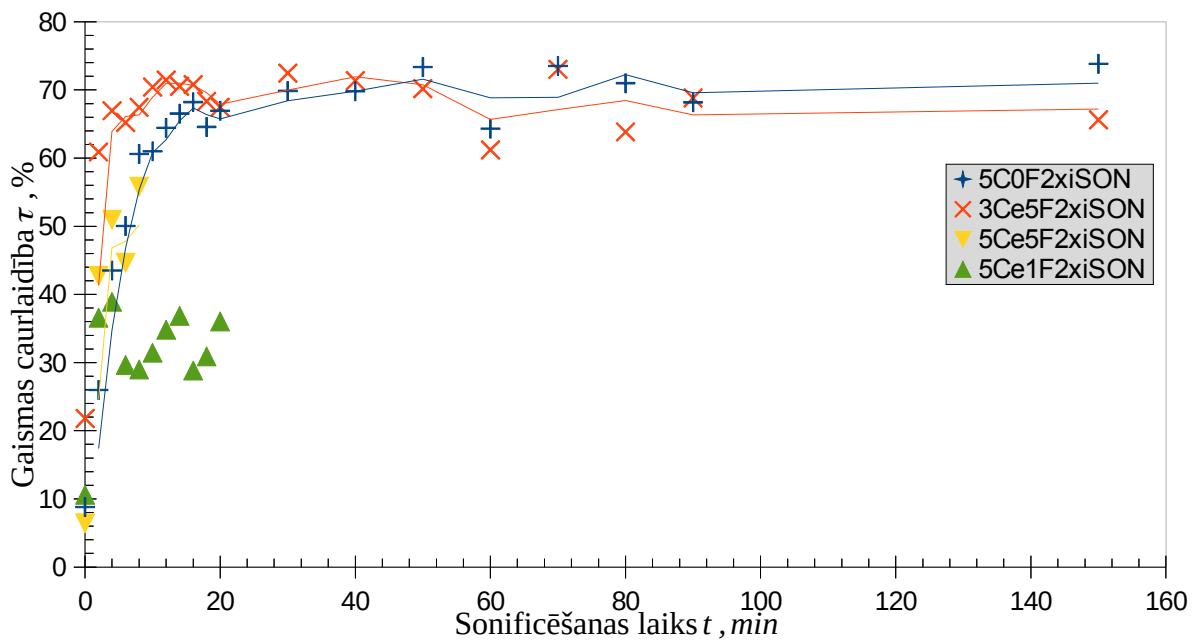
3.38. att. 5C0F2xiSON, 3Ce5FxiSON, 5Ce5F2xiSON un 5Ce5F2xiSON sēriju paraugu intensitātes diametru atkarība no sonifikācijas laika

Salīdzinājums ar citiem avotiem. Līdzīgi, ka iepriekš.



3.39. att. 5C0F2xiSON, 3Ce5FxiSON un 5Ce5F2xiSON sēriju paraugu intensitātes diametru atkarība no sonifikācijas laika (palielināts)

Salīdzinājums ar citiem avotiem. Līdzīgi, ka iepriekš.

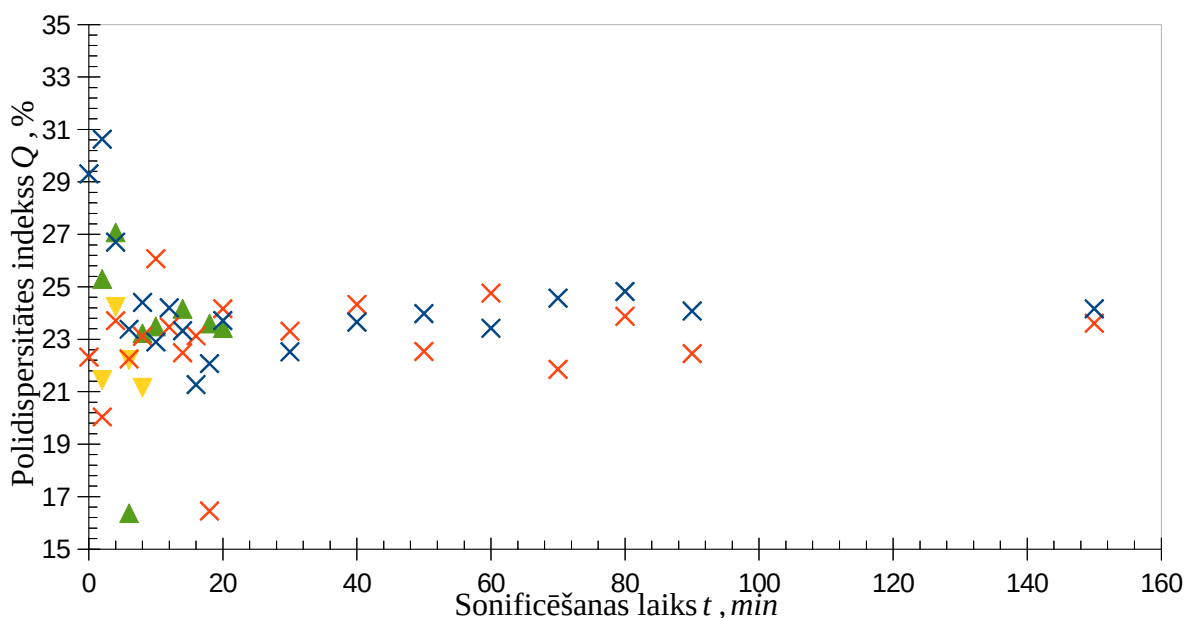


3.40. att. 5C0F2xiSON, 3Ce5FxiSON, 5Ce5F2xiSON un 5Ce1F2xiSON sēriju paraugu gaismas caurlaidības atkarība no sonifikācijas laika

Sakarības redzamas grafikā. 5F paraugiem palielinoties sonificēšanas laikam līdz 20 min palielinās gaismas caurlaidība. Ja palielina sonifikācijas laiku no 20 min līdz 3h, tas būtiski neietekmē uz gaismas caurlaidību.

Novērojumi. Virsmas vienam paraugam, palielinoties sonifikācijas laikam no 20 min līdz 3h, tas izskatījās mazāk un mazāk duļķains, pēc 3 h tas kļuva gandrīz caurspīdīgs, bet tas nesakrīta ar gaismas caurlaidības mērījumu datiem.

Secinājumi. Nav vērts palielinot sonifikācijas laiku no 20 min līdz 3 h.



3.41. att. 5C0F2xiSON, 3Ce5FxiSON, 5Ce5F2xiSON un 5Ce1F2xiSON sēriju paraugu hidrodinamisko diametru polidispersitātes indeksu atkarība no sonifikācijas laika (palielināts)

Sakarības redzamas grafikā. 5C0F2xiSON, 3Ce5FxiSON, 5Ce5F2xiSON un 5Ce1F2xiSON mērījumu sēriju hidrodinamisko diametru polidispersitātes indeksi atrodas robežās no 15 līdz 31%.

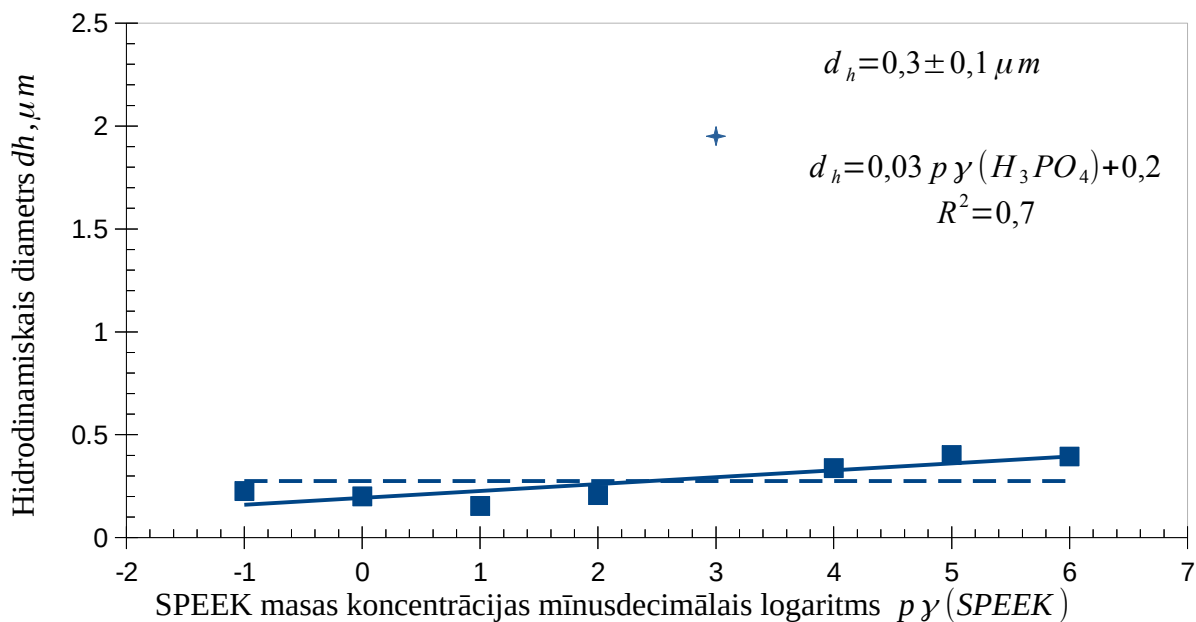
3.7. 3CeIPOL un 0CeIPOL mērījumu sēriju rezultāti

Šifri 3CeIPOL un 0CeIPOL nozīmē, attiecīgi:

- 1) Šķīdumu sērija, kur ZrO_2 koncentrācija ir 109 mg/L, kur mainīja polimēra koncentrāciju.
- 2) Šķīdumu sērija, kur netika pievienots ZrO_2 , kur mainīja polimēra koncentrāciju.

Ar ko šis eksperiments tika motivēts. Līdz šim tika veikts izmēģinājuma eksperiments eksperiments, kurā noteica zeta potenciālu ZrO_2 SPEEK ūdens šķīdumā zeta potenciālu, tas bija ap 54mV, kas atbilst agregatīvi stabīlai dispersijai. Paraugu nosaukums bija 5C50POL.

SPEEK polimērs ar pietiekami austu sulfonēšanas pakāpi var tikt izšķīdināts ūdenī, polimēra molekulām ir negatīvs lādiņš. Ja polimērs adsorbēsies uz ZrO_2 virsmas, ZrO_2 daļiņām ir jāklūst negatīvi lādētām. Vairākās publikācijās pēta polimēru vai VAV ietekmi uz ZrO_2 daļiņu izmēru vai agregatīvo stabilitāti, zeta potenciālu.

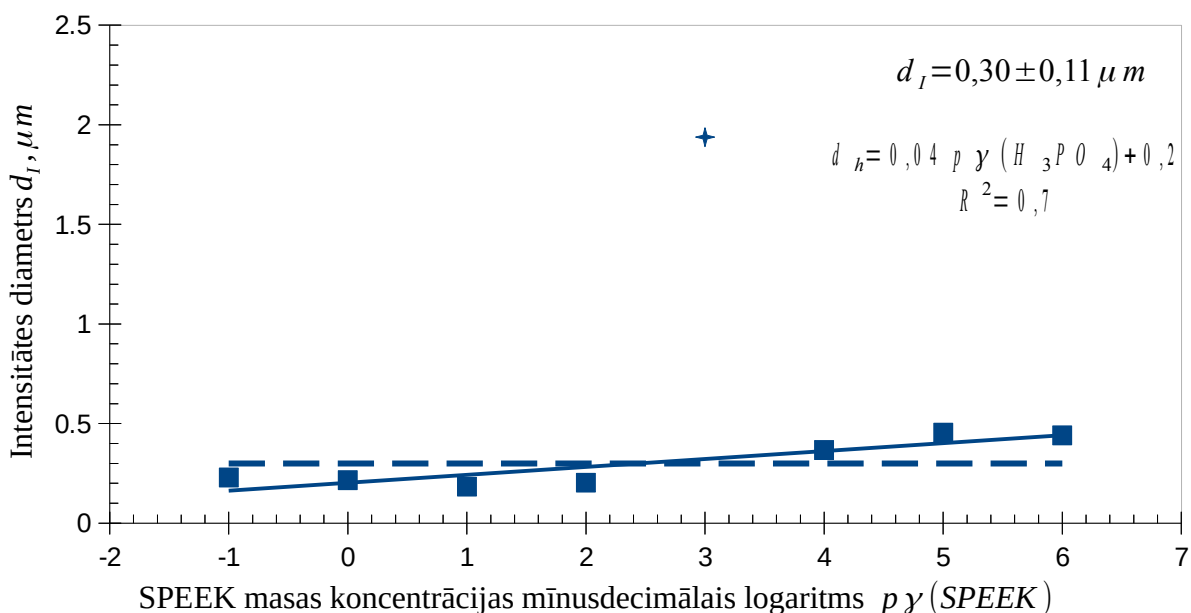


3.42. att. 3CeIPOL sērijas paraugu hidrodinamisko diametru atkarība no SPEEK koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Sakarības redzamas grafikā. Visiem paraugiem daļiņu izmērs atrodas intervālā no 0,2 līdz 0,5 μm , neieskaitot 3Ce3POL paraugu, kuram daļiņu izmērs ir 2 μm .

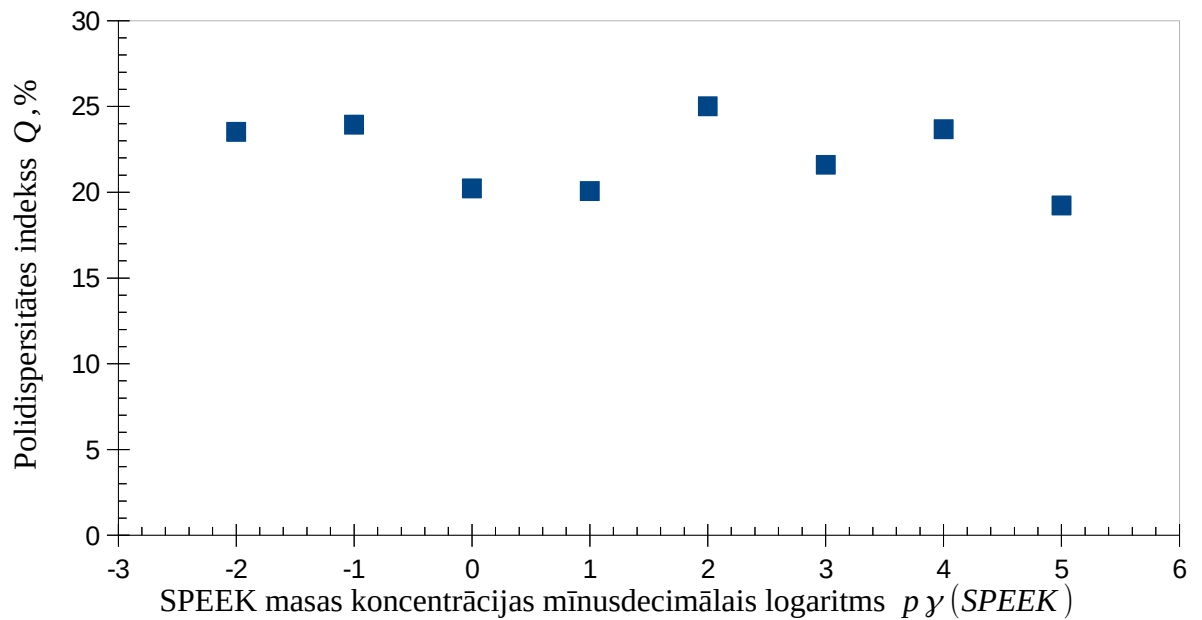
Izlecošais punkts. Izlecošam paraugam mērījums tika pārtaisīts, un vēlreiz tika iegūts ļoti līdzīgs rezultāts (nav iekļauts šeit). Ja bija rupja kļūda, tad tā ir saistīta ar polimēra šķīdumu 3C2e3F. Tas šķīdums tika izmantots, lai pagatavotu starpšķīdumus, kas atbilst $p\gamma(SPEEK)$ no 4 līdz 6. Tātad, ja notika kaut kāda rupja kļūda, tad tā ir visticamāk saistīta ar 3C2e3F piesārņošanu.

Secinājumi: SPEEK polimērs netraucē ZrO_2 agregātu sadalīšanu sonifikācijas ietekmē.



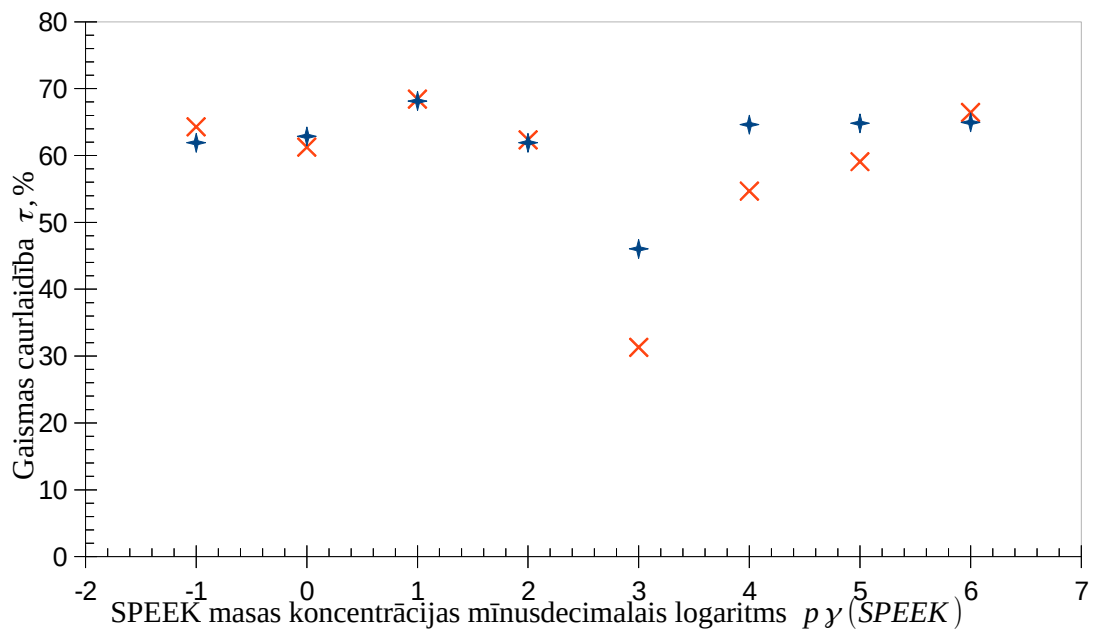
3.43. att. 3Ce3POL sērijas paraugu intensitātes vidējo diametru atkarība no SPEEK koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Sakarības redzamas grafikā. Līdzīgas, ka iepriekšējā grafikā.



3.44. att. 3CeIPOL sērijas paraugu hidrodinamisko diametru polidispersitātes indeksu atkarība no SPEEK koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Sakarības redzamas uz grafika. 3CeIPOL sērijas polidispersitātes indeksi ir robežās no 19 līdz 25%.

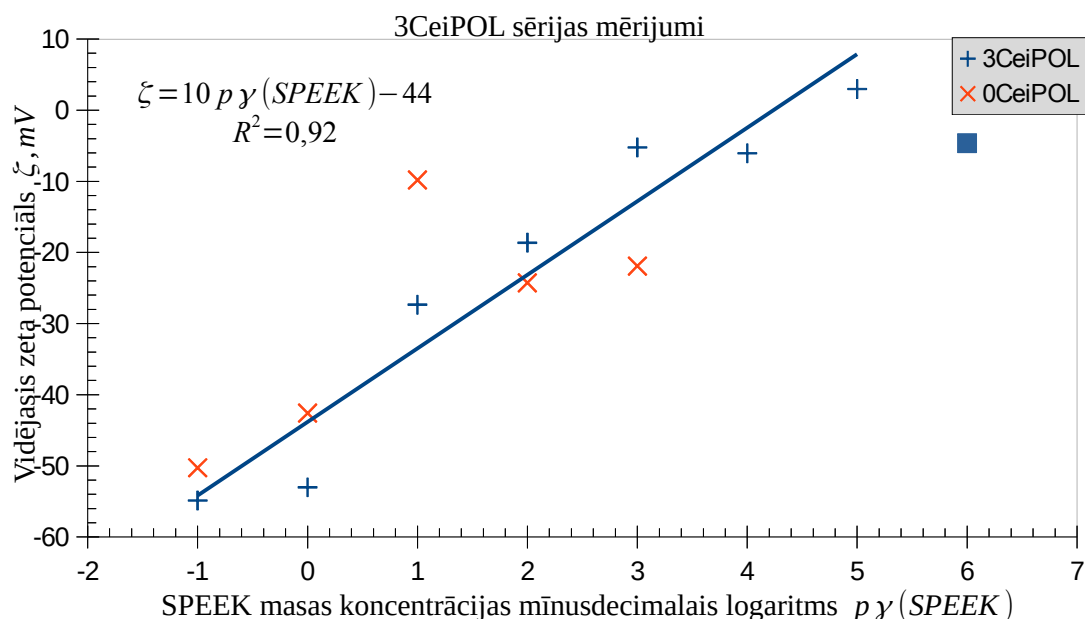


3.45. att. 3CeIPOL sērijas paraugu gaismas caurlaidības atkarība no SPEEK koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Ar ko 3CeIPOL zeta ELS eksperiments tika motivēts. Tika veikts izmēģinājuma mērījums 5Ce50POL (šeit nav iekļauts), tam zeta potenciāls bija 54 mV, bet novēroja ka nogulsnes izkrīt daudz ātrāk nekā šķīdumiem, kur polimēra vietā bija fosforskābe. Literatūrā ir aprakstīts, ka elektrostātiski stabilizē ZrO₂ pret agregāciju ar SDS, kurš tā pat, ka SPEEK sastāv no sulfogrupas atlikumiem un oliofīlā atlikuma.

SPEEK ir jonīts, tam būtu jādarbojas, ka stipram elektrolītam. Sakarā ar Hūckeļa teoriju, ja ir pietiekami liela elektrolīta koncentrācija, tad tā sasniedz CCC, un elektrostātisku stabilizācija vairs nedarbojas. Tātad varbūt polimēra koncentrācija ir pārāk augsta. Vai ir tāda SPEEK koncentrācija, kas padara ZrO₂ dispersiju par agregatīvi stabilu?

Ar ko 0CeIPOL zeta ELS eksperiments tika motivēts. ZrO₂ un SPEEK ūdens šķīdumam zeta potenciāls atbilst agregatīvi stabīlai dispersijai. Vai var pateikt, ka noteiktais zeta-potenciāls atbilst tieši ZrO₂ daļiņām, nevis polimēra šķīdumam? Ja iegūstu, ka ūram polimēra šķīdumiem 0CeIPOL zeta potenciāls pēc absolūtās vērtības ir būtiski zemāks, nekā 3CeIPOL tad varētu secināt, ka SPEEK adsorbējas uz ZrO₂ un piešķir tam lielu pēc absolūtas vērtības zeta-potenciālu.



3.46. att. 3CeIPOL un 0CeIPOL sēriju paraugu vidējā zeta potenciāla atkarība no SPEEK koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

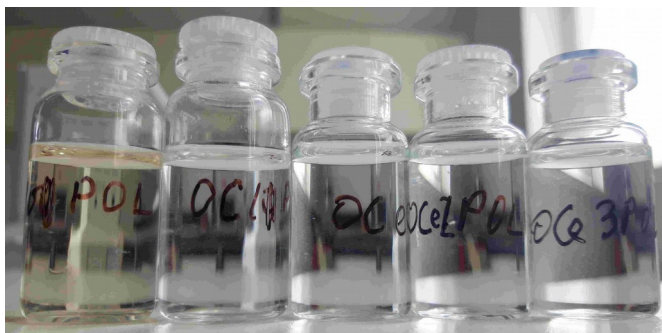
Sakarības redzamas grafikā. Paraugiem, kuros ir SPEEK polimērs un ZrO_2 zeta potenciāls sasniedz 54 mV. Jo lielāks ir polimēra koncentrācija, jo ir lielāks ir zeta potenciāls, sākot ar 3Ce0POL paraugiem tas sāka pārsniegt 25 mV, kas atbilst agregatīvi stabīlai dispersijai. Paraugiem, kuros ir tikai SPEEK polimērs zeta potenciāla vērtības ir līdzīgas kārtas, ka paraugiem, kuros ir SEEK un ZrO_2 .

Novērojumi. Ja dažus 3Ce1POL paraugus ar polimēru sakrata, tad sedimentācija notiek daudz ātrāk nekā paraugam bez polimēra. 3C10POL paraugam dažu dienu laikā netika novērota nogulsnešanos. Polimēru šķīdumi, vizuāli izskatījās caurspīdīgi. Diviem paraugiem ar vislielāko polimēra koncentrāciju bija dzeltena nokrāsa. Vizuāli, jo mazāka bija polimēra koncentrācija, jo lielāks bija nogulsņu daudzums. Paraugiem ar mazu polimēra koncentrāciju nogulsnes atgādināja pārslas, paraugiem ar lielu polimēra koncentrāciju nogulsnes bija blīvāks.

Visi 3Ce0POL bija caurspīdīgi, nebija manāms jebkāds saduļķojums.

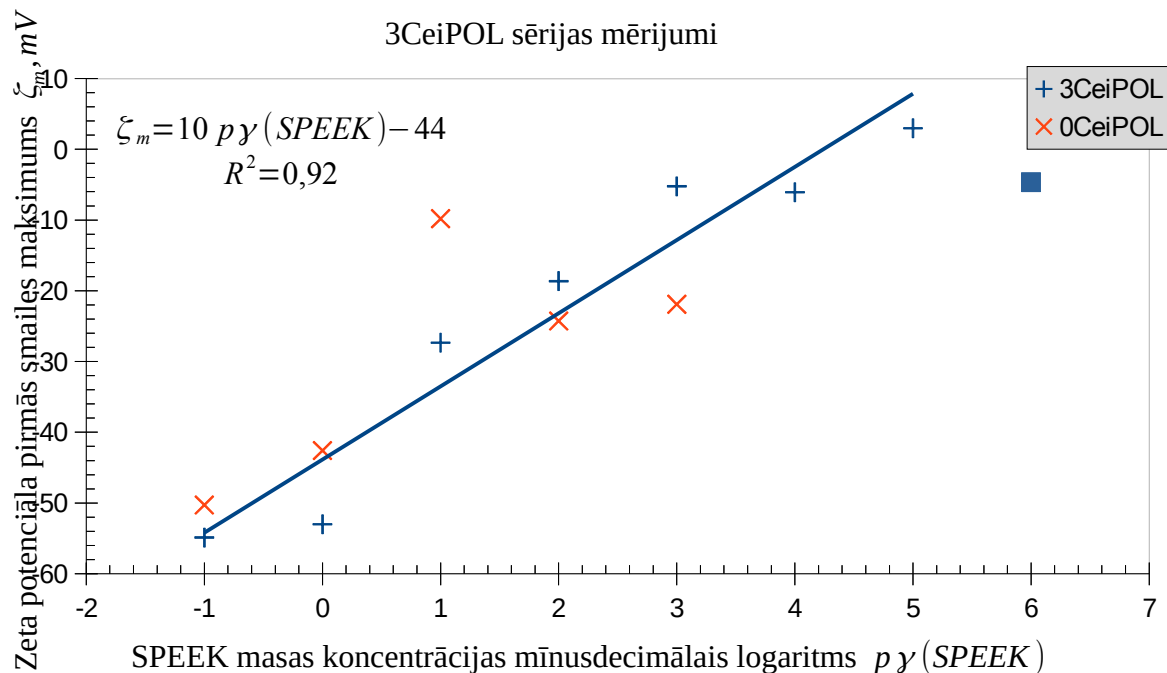


3.47. att. 3Ce1POL paraugu sērija pēc 20 dienām no sonificēšanas



3.48. att. 0Ce1POL paraugu sērija pēc 20 dienām no sonificēšanas

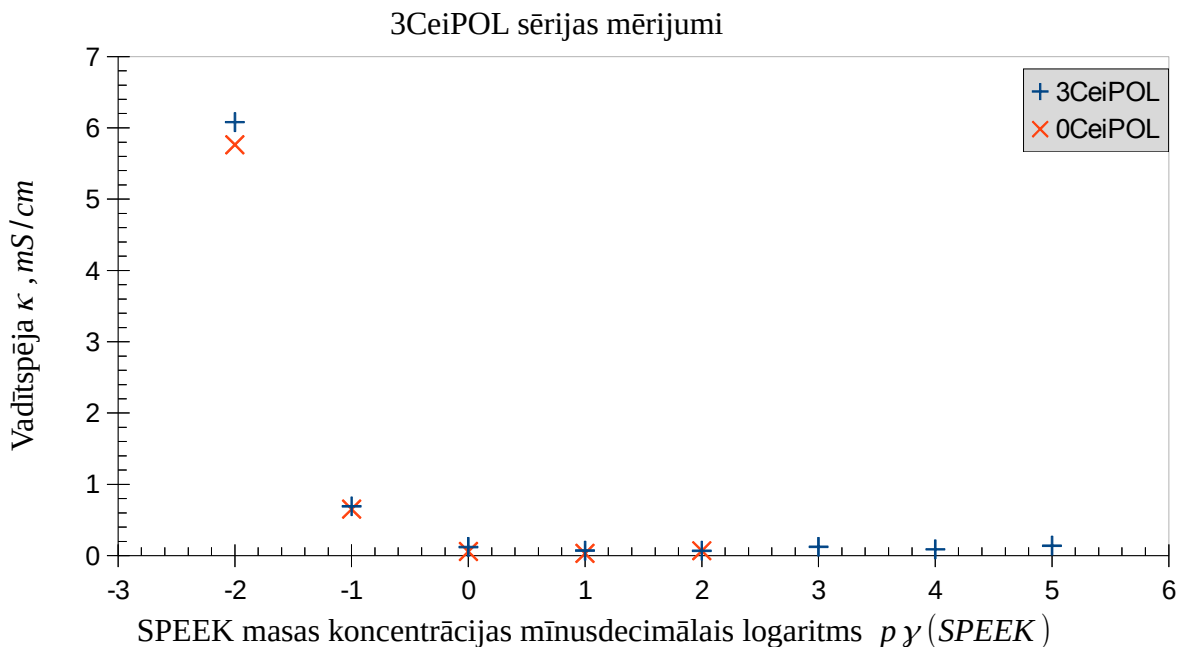
Secinājumi. Tas varētu liecināt, ka zeta potenciāls polimēru šķīdumos nevar tikt izmantots par dispersijas agregatīvās stabilitātes kritēriju koncentrētos jonītu šķīdumos. Vislielākā sedimentatīvā stabilitāte ir 3Ce10POL šķīdumam.



3.49. att. 3CeI POL un 0CeI POL sēriju paraugu zeta potenciāla pirmās smailes maksimuma atkarība no SPEEK koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Sakarības redzamas grafikā. Jo lielāks ir polimēra masas koncentrācijas rādītājs, jo mazāks ir zeta potenciāls, t.i. jo lielāka ir polimēra koncentrācija, jo lielāks ir zeta potenciāls. No $p\gamma = -1$ līdz 5 starp zeta potenciāls aptuveni lineāri aug, no $p\gamma = 4$ līdz 6 zeta potenciāls ir aptuveni konstants.

Secinājumi. 3CeI POL mērijumu sēju paraugiem zeta potenciāla smailes maksimums ir lineāri atkarīgs no SPEEK masas koncentrācijas rādītāja.

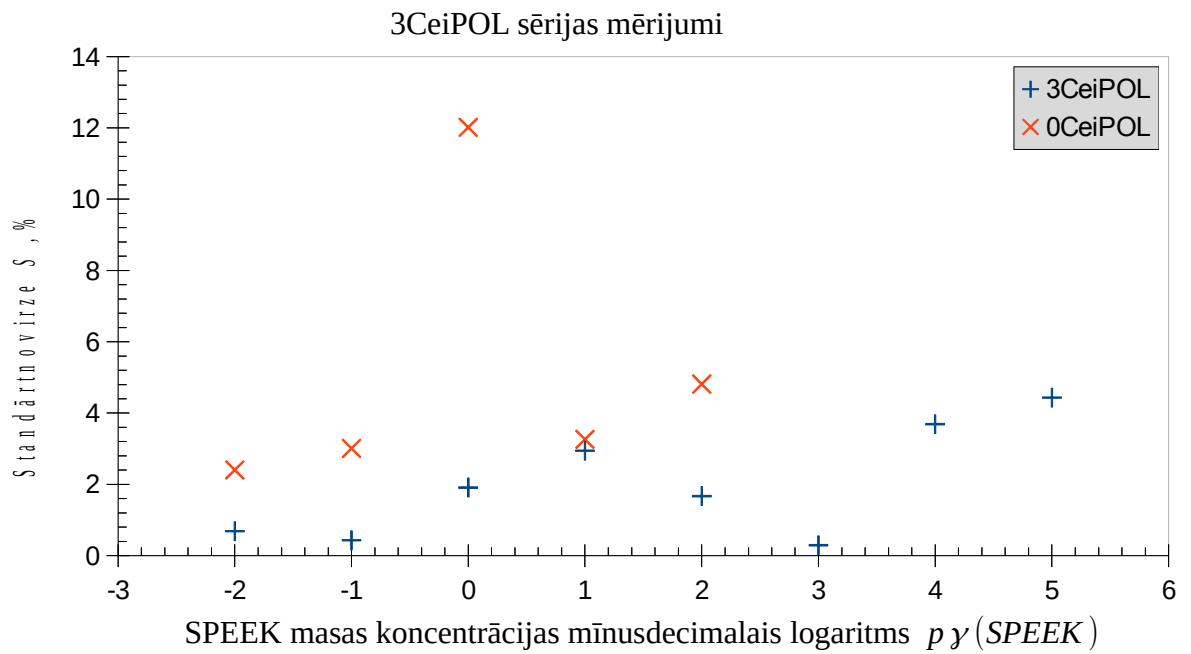


3.50. att. 3CeIPOL un 0CeIPOL sēriju paraugu vadītspējas atkarība no SPEEK koncentrācijas mīnusdecimālā logaritma

Sakarības redzamas grafikā. 3CeIPOL un 0CeIPOL sērijas paraugiem ir skaidri saskatāma sakarība starp vadītspēju un SPEEK masas koncentrācijas rādītāju, tie viedo monotonas līknes: jo lielāks ir fosforskābes koncentrācijas rādītājs jo mazāk ir vadītspēja. Abu sēriju līknes aptuveni sakrīt.

Salīdzinājums ar teoriju. SPEEK ir polimērs ar skābām grupām. H^+ ir augsta vadītspēja. Jo lielāka ir SPEEK koncentrācija, jo lielāka ir vadītspēja.

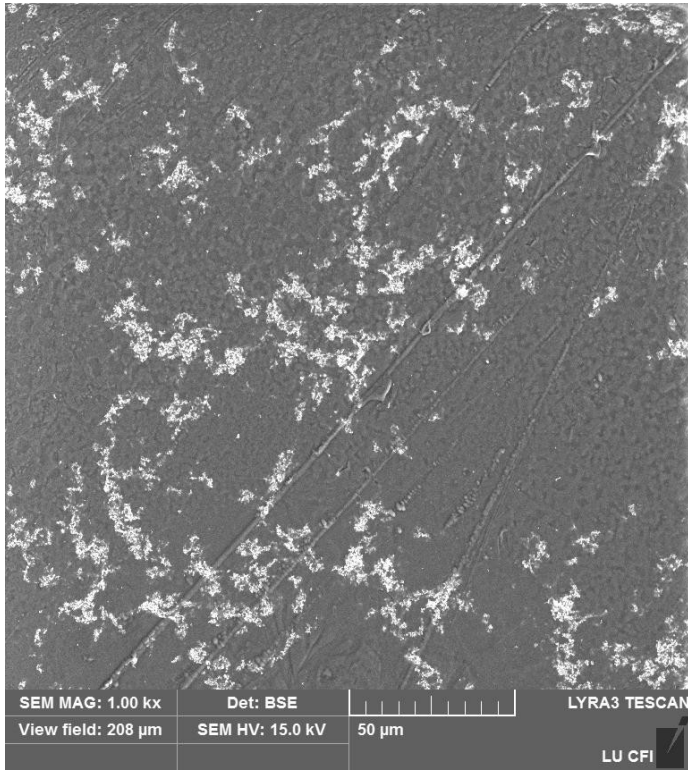
Secinājums. Elektrovadītspējas dati palīdz noteikt rupjas kļūdas, kuras ir saistītas ar nepareizu elektrolīta koncentrāciju. Ja būtu izlecoši punkti, tas varētu liecināt par rupju, kas saistīta ar elektrolīta koncentrāciju. Šeit nav izlecošo punktu. Tas pastiprina pārliecību, ka nav rupjas kļūdas polimēra pievienošanā.



3.51. att. 3CeipOL un 0CeipOL sēriju paraugu zeta potenciāla standartnovirzes atkarība no SPEEK koncentrācijas mīnusdecimalā logaritma

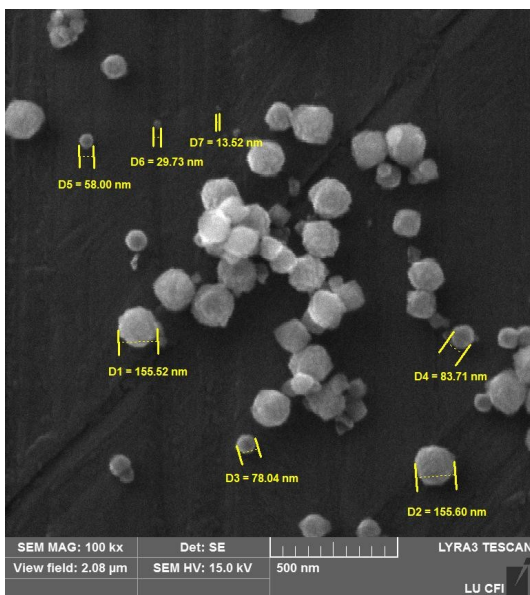
Sakarības redzamas grafikā. 3CeipOL un 0CeipOL mērijumu sērijām zeta potenciāla standartnovirzes atrodas robežās no 0,3% līdz 12%.

3.8. SEM attēli



3.52. att. SPEEK/ZrO₂ membrānas paraugs

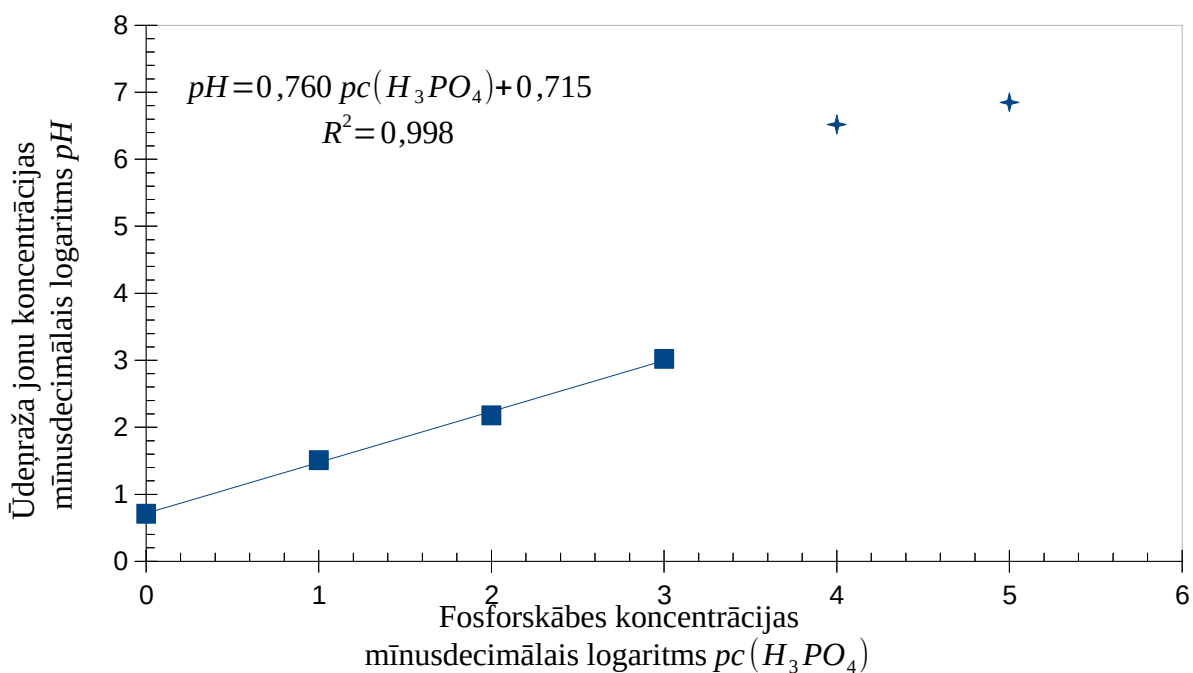
Sakarības redzamas attēlā. ZrO₂ SPEEK polimēra membrānā nav viendabīgi sadalīts.



3.53. att. ZrO₂ suspensijas SEM attēls

Sakarības redzamas grafikā. ZrO_2 daļiņu izmēru kārta aptuveni sakrīt ar to, kas ir norādīta uz iepakojumā. ZrO_2 daļiņu izmēru kārta aptuveni sakrīt ar to, kuru ieguva no DLS datiem, paraugam kuru sonificēja 3 h.

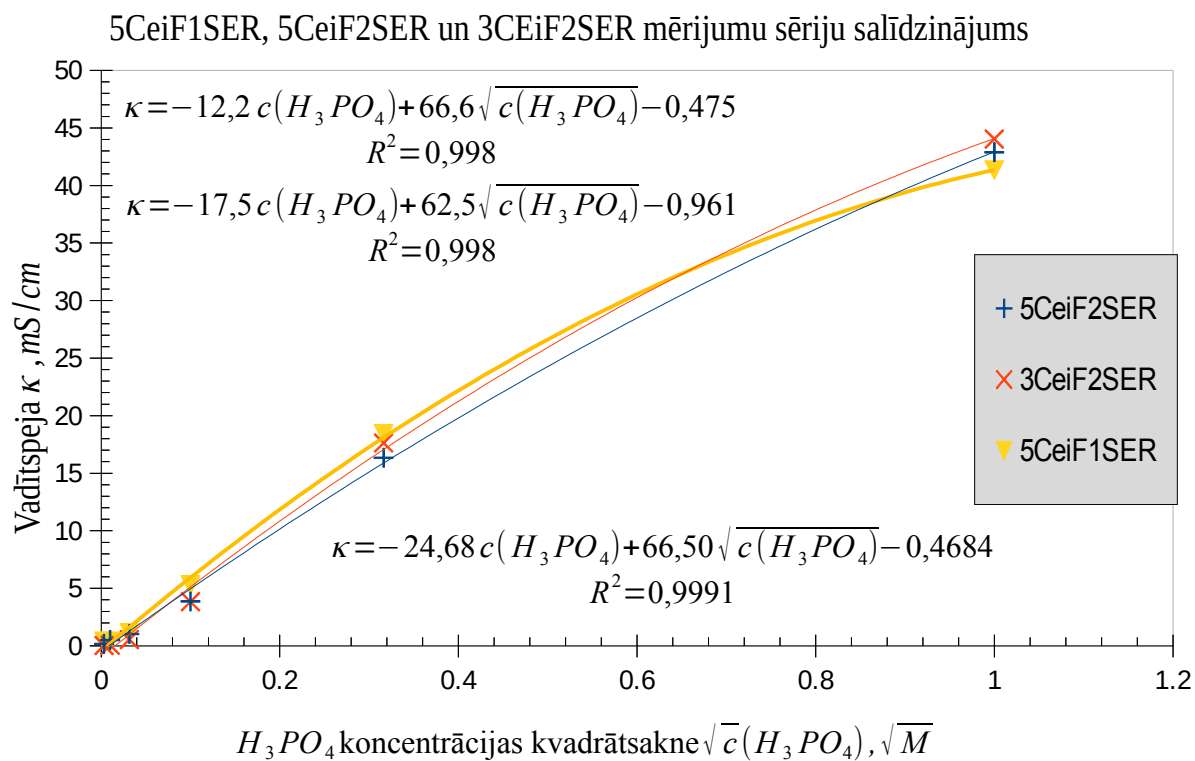
Salīdzinājums ar citiem avotiem. Citās publikācijās atkarībā no iegūšanas paņēmiena iegūst 10-50 nm daļiņas vai ap 30 nm daļiņas vai cita izmēra daļiņas, primāro daļiņu izmērs ir atkarīgs no iegūšanas paņēmiena[64, 50].



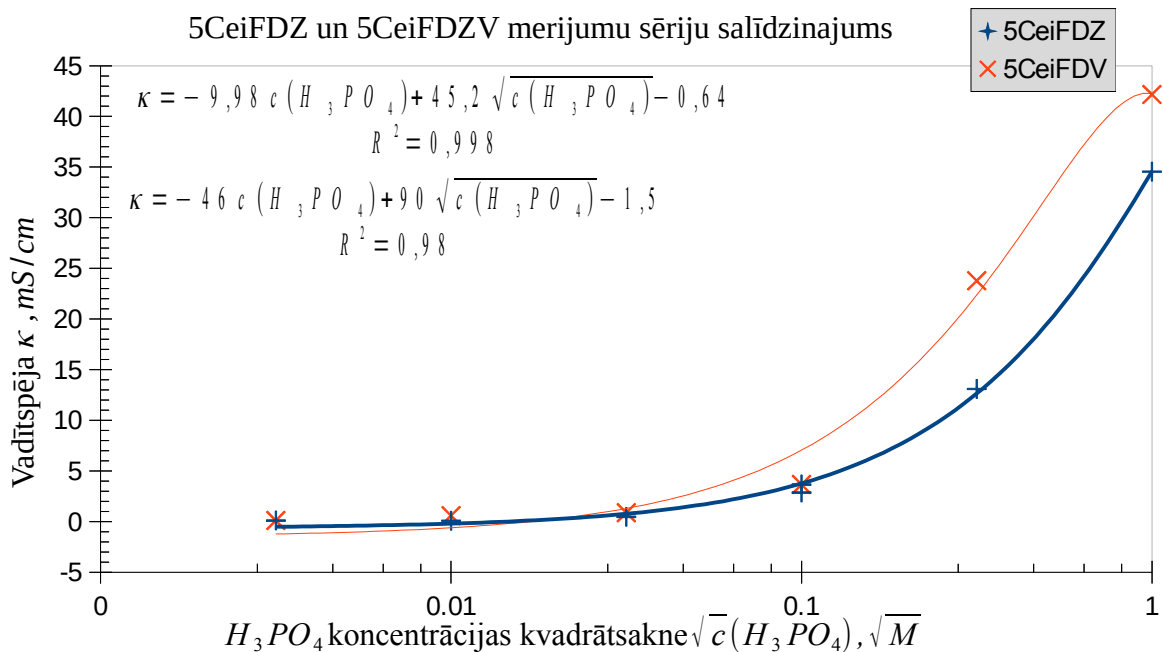
3.54. att. 5CeIF paraugu sērijas pH atkarība no fosforskābes koncentrācijas radītāja.

3.9. Linearizēti grafiki

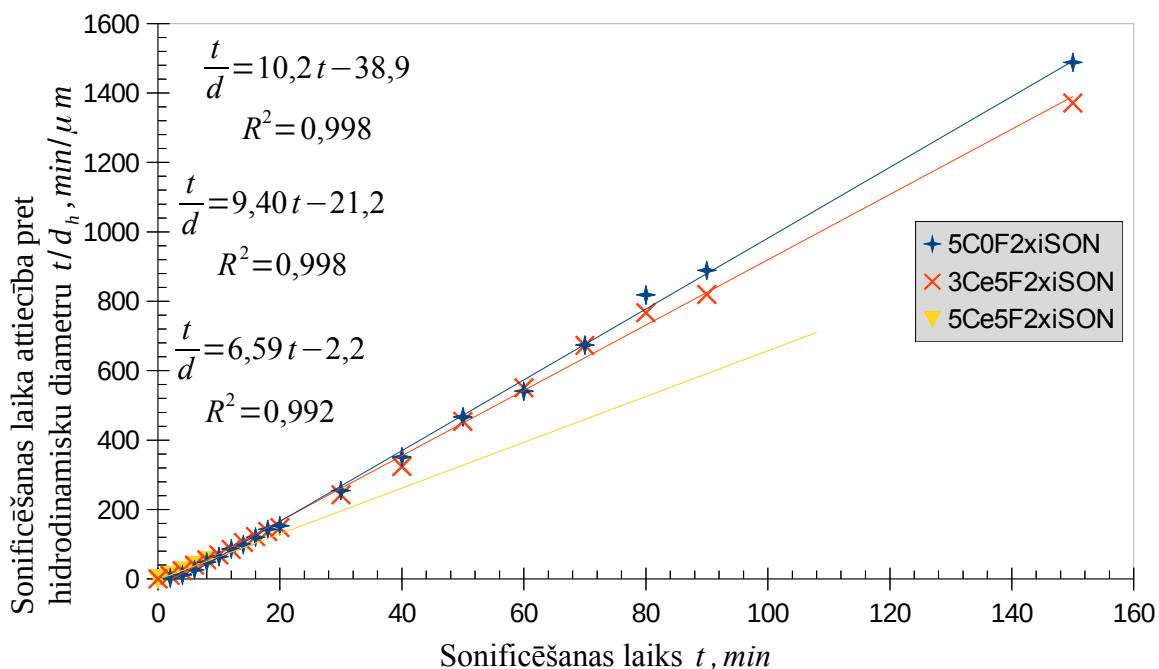
Tālāk ir sniegti dažu eksperimentālo līkņu linearizēti grafiki.



3.55. att. 5Ceif1SER, 5Ceif2SER un 3Ceif2SER vadītspējas atkarība no H_3PO_4 koncentrācijas kvadrātsaknes

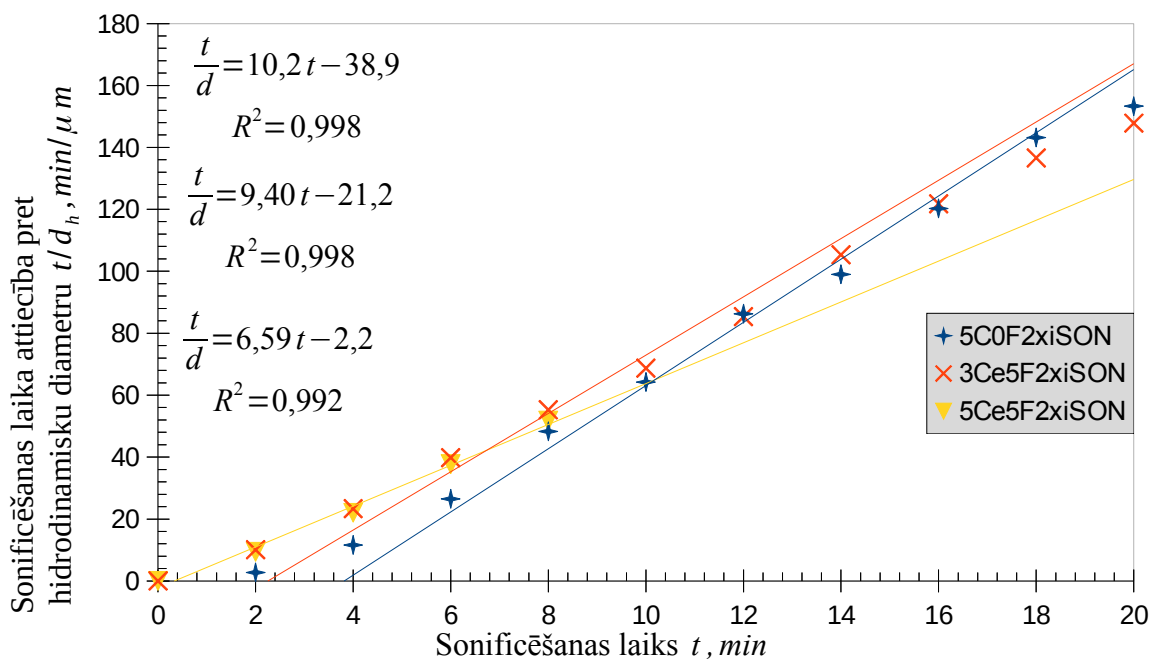


3.56. att. 5CeFDZ un 5CeFDZV sēriju vadītspējas atkarība no H3PO4 koncentrācijas kvadrātsaknes



3.57. att. Linearizēta 5C0F2xiSON, 3Ce5F2xiSON un 5Ce5F2xiSON mērījumu sērija

hidrodinamisko diametru atkarība no sonificēšanas laika

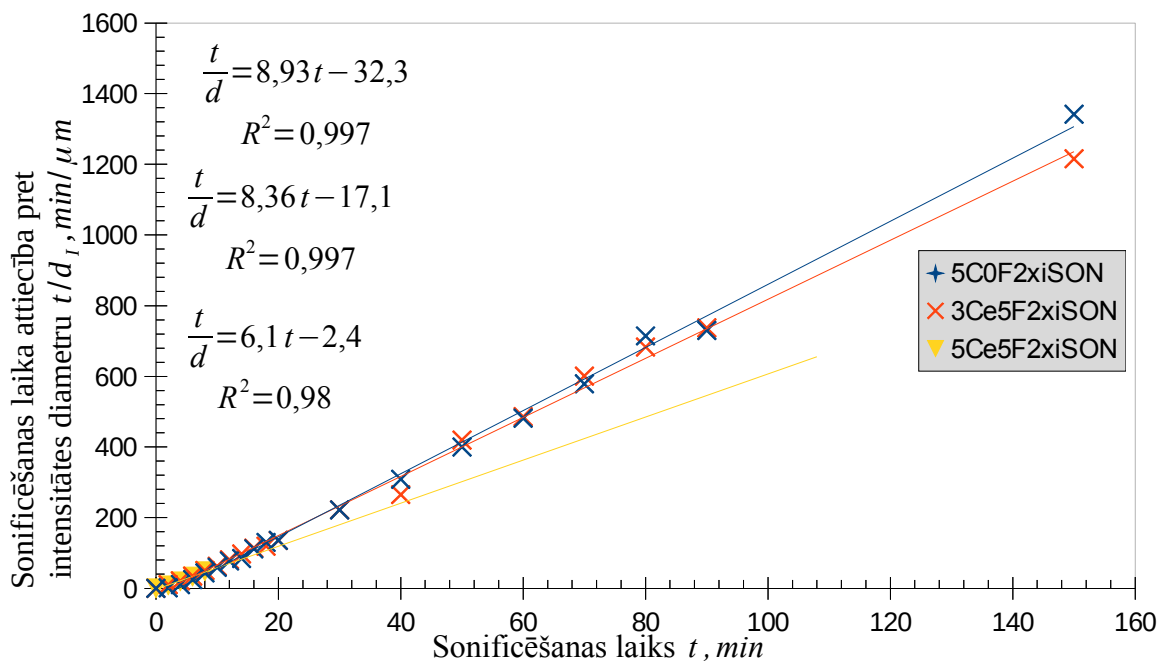


3.58. att. Linearizēta 5C0F2xiSON, 3Ce5F2xiSON un 5Ce5F2xiSON mērījumu sērija
hidrodinamisko diametru atkarība no sonificēšanas laika (tuvināts)

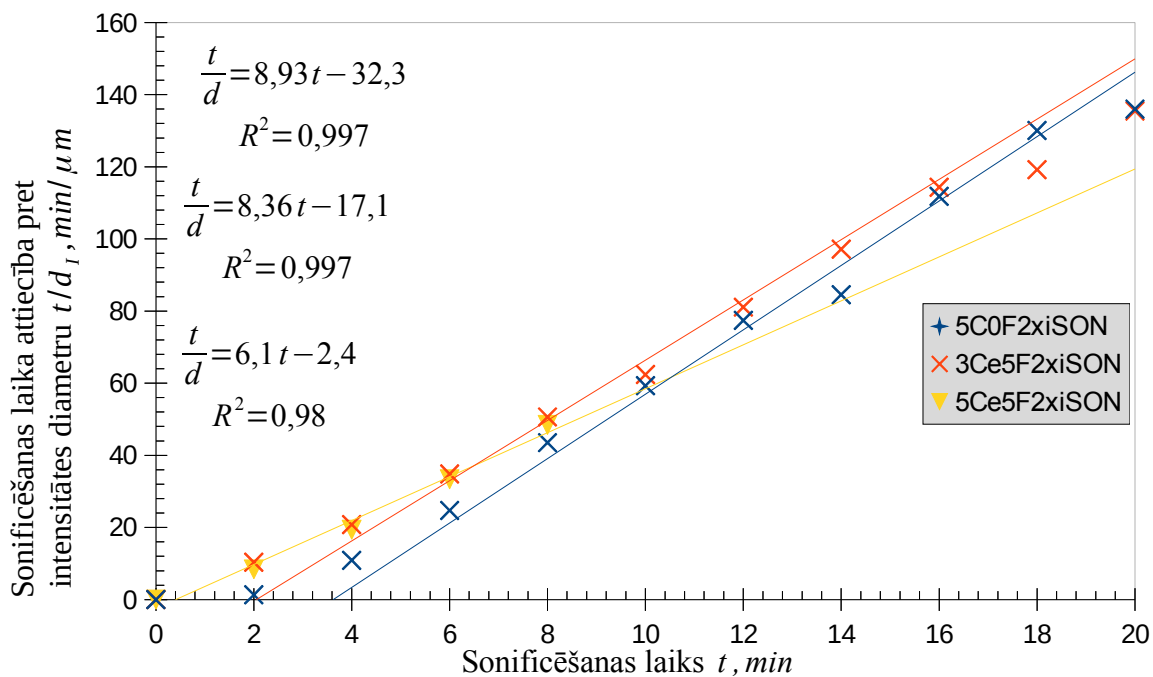
Sakarības redzamas grafikā.

Secinājums. ZrO_2 ūdens dispersijas daļiņu izmēru atkarību no laika apraksta vienādojums

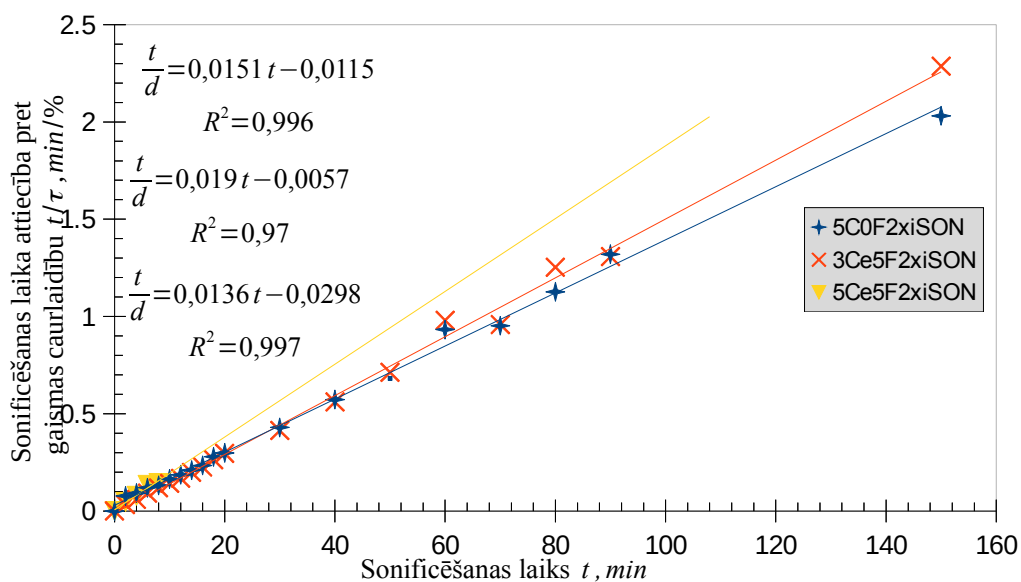
$$d = \frac{t}{(at+b)}$$



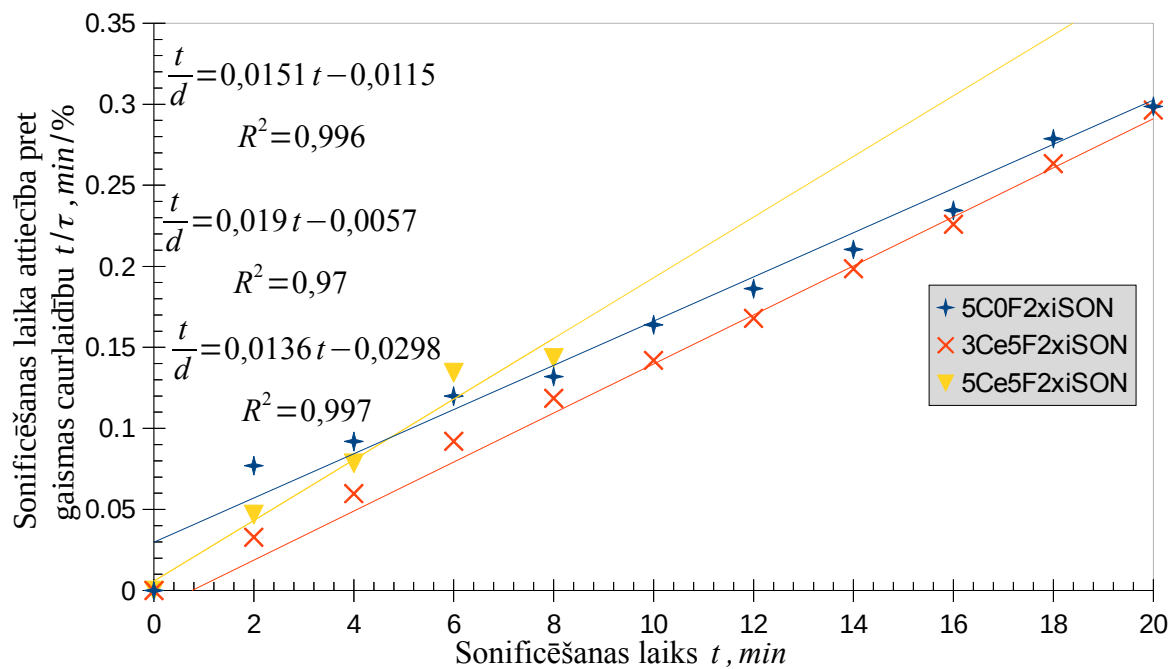
3.59. att. Linearizēta 5C0F2xiSON, 3Ce5F2xiSON un 5Ce5F2xiSON mērījumu sērija
intensitātes diametru atkarība no sonificēšanas laika



3.60. att. Linearizēta 5C0F2xiSON, 3Ce5F2xiSON un 5Ce5F2xiSON mērījumu sērija intensitātes diametru atkarība no sonificēšanas laika (tuvinājums)



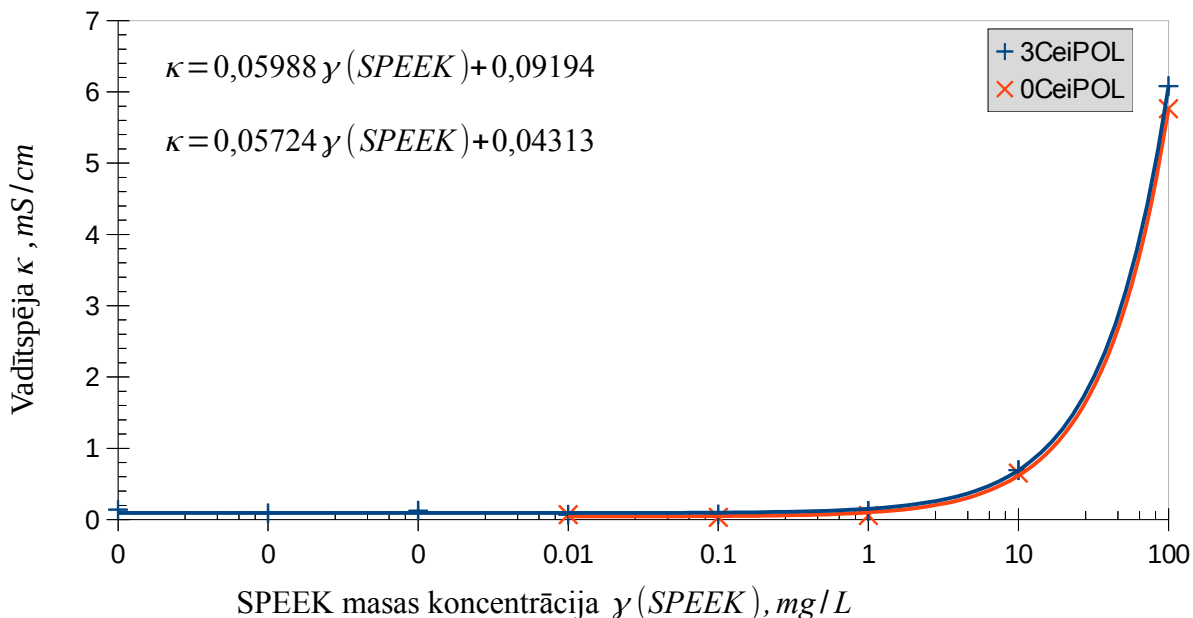
3.61. att. Linearizēta 5C0F2xiSON, 3Ce5F2xiSON un 5Ce5F2xiSON mērījumu sērija gaismas caurlaidības atkarība no sonificēšanas laika



3.62. att. Linearizēta 5C0F2xiSON, 3Ce5F2xiSON un 5Ce5F2xiSON mērījumu sērija gaismas caurlaidības atkarība no sonificēšanas laika (tuvināts)

Secinājums. ZrO_2 ūdens dispersijas gaismas caurlaidības atkarību no laika apraksta vienādojums

$$\tau = \frac{t}{(at+b)}$$



3.63. att. 3CeIPOL un 0CeIPOL mērījumu sēriju vadītspējas atkarība no SPEEK masas koncentrācijas

3.10. Galvenie rezultāti

1. Ja fosforskābe sasniedz 10^{-3} M koncentrāciju, tad tā sāk traucēt ZrO_2 dezagregācijai sonifikācijas ietekmē, ja fosforskābes koncentrācija ir 10^{-4} vai mazāka, ta netraucē.
2. Palielinot sonifikācijas laiku nevar novērst fosforskābes traucējošo ietekmi
3. Nav iespējams iegūt ZrO_2 dispersijas ar zeta potenciālu pēc absolūtās vērtības lielāku par 30 mV vienīgi tikai pievienojot fosforskābi, ja fosforskābes koncentrācija nepārsniedz 1 M, bet ir tendence, ka palielinot fosforskābes koncentrāciju līdz 10M varbūt ir iespējams daļiņas ar zeta potenciālu kas pārsniedz 25 mV.
4. Pievienojot SPEEK polimēru ir iespējams iegūt pietiekami mazas daļiņas ar pietiekami lielu šķīduma zeta potenciālu (54 mV), bet nav skaidrs vai tas patiešām atbilst ZrO_2 daļiņām.
5. ZrO_2 ir agregatīvi stabils stundas laikā pēc sonificēšanas 25C un 70 C temperatūrā.
6. Ja palielināt sonificēšanas laiku vairāk par 20 min, tas neveicinās ZrO_2 daļiņu izmēru samazināšanos(jāprecizē).
7. Starp sonificēšanas kopējo laiku un daļiņu diametru ir funkcionāla sakarība.

8. Ja fosforskābes koncentrācija ir pietiekami liela tad ir lineāra sakarība starp fosforskābes koncentrācijas rādītāju un zeta-potenciālu

9. starp SPEEK koncentrāciju un ZrO_2 suspensijas SPEEK polimēra klātbūtni zeta potenciālu ir lineāra sakarība

4. SECINĀJUMI

1. Optimālais ZrO₂ ūdens suspensijas fosforskābes klātbūtnē sonificēšanas laiks ir 20 min.
2. Nav iespējams iegūt ZrO₂ dispersijas ar zeta potenciālu pēc absolūtās vērtības lielāku par 30 mV vienīgi tikai pievienojot fosforskābi, ja fosforskābes koncentrācija nepārsniedz 1 M.
3. Ir iespējams iegūt ZrO₂ ūdens suspensiju, kurai zeta potenciāls ir 54 mV un daļiņu izmērs ir ap 300 nm.
4. Izmantotas ZrO₂ suspensijas ar masas koncentrāciju 113 $\mu\text{g/L}$ var tik izmantota ELS un ELS analīzēm
5. Ja atdzesētai un sonificētai ZrO₂ suspensijai pievieno atdzesētu fosforskābi, šāds uzlabojums būtiski neuzlabo ZrO₂ daļiņu izmēru vai zeta potenciālu
6. Nav būtiski kontrolēt laiku starp sonificēšanu un ELS vai DLS analīzi, jo stundas laikā analizētās disperijas, praktiski, ir agregatīvi stabili
7. Tika apskatīta literatūra par ELS un DLS iegūstamiem lielumiem un to saistības ķēdi līdz fizikāliem procesiem uz kuriem balstās analīzes, netika atrastas būtiskas pretrunas ar izveidoto eksperimentu pamatpieņēmumiem.
8. Tika apskatīta literatūra par citām ZrO₂ raksturošanas metodēm
9. Apskatīta literatūra par suspensiju mikroskopisku raksturlielumu saistību ar bieži mēramiem dispersiju raksturlielumiem.

PATEICĪBAS

Autors pateicās Latvijas Universitātes Ķīmijas fakultātes doktorantam Eināram Sprūģim par vērtīgiem metodiskiem ieteikumiem, Cietvielu Fizikas Institūta darbiniekam Mārim Kundziņam par palīdzību SEM analīzes veikšanā, darba vadītājam dr. phys. habil. Guntaram Vaivaram par metodiskiem ieteikumiem iespēju izstrādāt šo darbu LU Cietvielu Fizikas Institūtā.

5. LITERATŪRAS SARAKSTS

1. K. Hemmes Fuel Cells. In: *Modern Aspects of electrochemistry, No 37*; R. E. White, B. E. Conway, C. G. Vayenas, M. E. Gamboa-Adelco Eds.; Modern Aspects of chemistry series; Springer Science+Business Media: New York, 2004; pp
2. Novikovs A. Sulfonētu poli(ēterēterketona)/homogēnu kompozīto membrānu kopā ar cirkonija oksīda nanodaļiņām iegūšana. Kursa Darbs. LU Ķīmijas fakultāte, Rīga, 2018.
3. Novikovs A. Sulfonētu poli(ēterēterketona)/homogēnu kompozītu membrānu kopā ar cirkonija oksīda nanodaļiņām raksturošana un iegūšanas procesa uzlabošana. Kursa Darbs. LU Ķīmijas fakultāte, Rīga, 2020.
4. Шнейдер В. Е., Слуцкий А. И., Шумов А. С. *Краткий курс высшей математики*; Высшая Школа: Москва, 1972.
5. Edwards C. H., Henrey Edwards C., Penney D. E. *Calculus with Analytical geometry 4th ed*; Prentice Hall: New Jersey, 1994
6. Mortimer R. G. *Mathematics for Physical Chemistry: Third Edition*; Elsevier: Amsterdam, 2005
7. Electric potential https://en.wikipedia.org/wiki/Electric_potential
8. Шиц Л. А., Щукин Е. Д. Дисперсные системы. В: *Химическая Энциклопедия в Пяти Томах*; Кнунянц И. Л. Ред.; Советская Энциклопедия: Москва, 1990; 152-156 стр.
9. Alksnis U., Kļaviņš Z., Kūka P., Rupulis A. *Fizikāla un koloidālā ķīmija*; Zvaigzne: Rīga, 1990; pp
10. Hiementz P.C. *Principles of colloid and surface chemistry*, 2nd ed., Lagowsky J. J.; Marcel Dekker: New York, 1986; pp
11. Allen T. Partice size, shape and distribution. In: *Particle size measurement.*; Scarlett B. Ed.; Powder tehnology series; Chapman & Hall, 1981
12. Boiley, Y. T., Beattie W. H., Booth C. Average Quantities in Colloid Science, *J. Chem. Educ.* **1962**, 39, 196-202.
13. Atkins, P.; Paula, J. D. *Atkins' Physical chemistry*; Oxford University Press: Oxford, 2006.
14. *British Standard*. Particle size analysis -Dynamic light scattering (DLS). BS ISO

22412, 2008

15. Xu, R. *Particle characterisation: light scattering methods*; Kluwer Academic Publ.: Dordrecht, 2000.

16. Flippen R. B., Particle Size Analysis. In: *Encyclopedia of analytical chemistry*; Meyers R. A. Ed.; Wiley: Chichesrer, 2000; pp 5299-5610.

17. Dynamic Light Scattering: Common Terms Defined

http://www.biophysics.bioc.cam.ac.uk/wp-content/uploads/2011/02/DLS_Terms_defined_Malvern.pdf

18. *What is z-average?*; Malvern Instruments: Frequently asked questions: Worcestershire, UK, July 2014.

19. Гилевский С. В., Малофеев В. М. *Теория вероятностей и математическая статистика: Конспект лекций*; БГУ: МИНСК, 2003.

20. Abdolahi M., Rouhani M. Hydrophylic Nanoparticles: Hydrophilic Polymer/Silica Hybrid Nanoparticles – An Overview of Novel Synthesis Strategy and Its Applications in the Proton Exchange Membrane In: *CRC Concise Encyclopedia of Nanotechnology*; Kharisov B. I., Kharisova O. V., Ortiz-Mendez U. Eds.; CRS Press: London, 2016

21. Thomas, J. C. The Determination of Log Normal Particle Size Distributions by Dynamic Light Scattering. *Journal of Colloid and Interface Science* **1987**, 117 (1), 187–192.

22. Temkin S. *Suspension Acustics: An introduction to the Physics of Suspensions*; Cambridge University Press: Cambridge, 2005

23. Williams, R.; Shaw, D. J.; Biggs, S. *Introduction to colloid and surface chemistry*; Butterworth-Heinemann: Oxford, 2007.

24. Young, R. J.; Lovell, P. A. *Introduction to Polymers*; CRC Press: Boca Ratón, FL, 2011.

25. Williams, R.; Shaw, D. J.; Biggs, S. *Introduction to colloid and surface chemistry*; Butterworth-Heinemann: Oxford, 2007.

26. Chapter 7: Light scattering.
eng.uc.edu/~beaucag/Classes/properties/zimmIASLightscat.pdf

27. British Standard. Particle size analysis -Laser diffraction methods -Part 1: General principles. BS ISO13320-1, 1999

28. 2P.38

Jillavenkatesa, A.; Dapkunas, S. J.; Lum, L.-S. H. *Particle size characterization*; National Institute of Standards and Technology: Gaithersburg, MD, 2001.

29. *British Standard*. Determination of. BS ISO particle size distribution -Part 8: Photon correlation spectroscopy. BS ISO 13321, 1997

30. Амфлет Ч. *Неорганические иониты*; Москва: Мир, 1966; стр.117-118.

31. Гельфман М. И.; Ковалевичь О. В. Юстратов В. П., *Коллоидная химия*; Москва: Лань, 2004

32. Неппер Д., *Стабилизация коллоидных дисперсий полимерами*; Москва: Мир, 1986; стр. 17-40

33. Petit M., Monot J. Functionalization of zirconium oxide surfaces. In: *Chemistry of Organo-Hybrids Synthesis and Characterisation*; Charleux B., Coperet C., Lacote E. Eds.; Janh Wiley & Sons: Hoboken, 2015; pp.

34. Липатов Ю. С., *Коллоидная химия полимеров*; Киев: Наук. Думка, 1984; стр. 187-120.

35. Панова Л. Г., *Наполнители для полимерных композиционных материалов: учеб. Пособие*; Саратов: Саратов. гос. техн. Ун-т, 2010; стр. 15-39.

36. Кошевар В. Д., *Органо-минеральные дисперсии регулирование их свойств и применение*; Минск: Белорусская наука, 2008; стр.13-15.

37. Opalinska A.; Malka I.; Dzwolak W.; Chudoba T.; Presz A.; Lojkowski W. Size-dependent density of zirconia nanoparticles. *Beilstein J. Nanotechnol.* **2015**, 6, 27–35.

38. Pashley, R. M.; Karaman, M. E. *Applied Colloid and Surface Chemistry*; John Wiley & Sons: Chichester, 2004.

39. Ross S., Morrison I. D. *Colloidal systems and interfaces*; John Wiley & Sons: New York, 1998; pp 12,46

40. Kruyt H. R. *Colloid Science*; Elsevier Publishing Company: Amsterdam, 1952.

41. Jancar, J.; Fekete, E. *Mineral fillers in thermoplastics*; Springer: Berlin, 1999.

42. van Oss C. J. *Interfacial forces in aqueous media*; CRC Press: New York, 2006.

43. Rodrigues, L. A.; Maschio, L. J.; Coppio, L. D. S. C.; Thim, G. P.; Maria Lúcia Caetano Pinto Da Silva. Adsorption of Phosphate from Aqueous Solution by Hydrous Zirconium Oxide. *Environmental Technology* 2012, 33 (12), 1345–1351.

44. Parida K. M., Pattnayak P. K. Studies on $\text{PO}_4^{3-}/\text{ZrO}_2$ I. Effect of H_3PO_4 on Textural and Acidic Properties of ZrO_2 *J. Colloid Interface Sci.* **1996**, *182*, 381–387.
45. Pettersson, A.; Marino, G.; Pursiheimo, A.; Rosenholm, J. B. Electrosteric Stabilization of Al_2O_3 , ZrO_2 , and $3\text{Y}-\text{ZrO}_2$ Suspensions: Effect of Dissociation and Type of Polyelectrolyte. *Journal of Colloid and Interface Science* **2000**, *228*, 73–81.
46. Carrière, D.; Moreau, M.; Barboux, P.; Boilot, J.-P.; Spalla, O. Modification of the Surface Properties of Porous Nanometric Zirconia Particles by Covalent Grafting. *Langmuir* **2004**, *20*, 3449–3455.
47. Su, Y.; Cui, H.; Li, Q.; Gao, S.; Shang, J. K. Strong Adsorption of Phosphate by Amorphous Zirconium Oxide Nanoparticles. *Water Research* 2013, *47*, 5018–5026.
48. Wei, W.-C. J.; Wang, S.-C.; Ho, F.-Y. Electrokinetic Properties of Colloidal Zirconia Powders in Aqueous Suspension. *Journal of the American Ceramic Society* **2004**, *82*, 3385–3392.
49. Pettersson, A.; Marino, G.; Pursiheimo, A.; Rosenholm, J. B. Electrosteric Stabilization of Al_2O_3 , ZrO_2 , and $3\text{Y}-\text{ZrO}_2$ Suspensions: Effect of Dissociation and Type of Polyelectrolyte. *Journal of Colloid and Interface Science* **2000**, *228*, 73–81.
50. Garg N., Mittal V. K., Bera S., Dasgupta A., Sankaralingam V. preparation and characterisation of tetragonal dominant nanocrystalline ZrO_2 obtained via direct precipitation. *Ceramics International* **2012**, *38*, 2507-2512.
51. Sarraf, H.; Qian, Z.; Škarpová, L.; Wang, B.; Herbig, R.; Maryška, M.; Bartovska, L.; Havrda, J.; Anvari, B. Direct Probing of Dispersion Quality of ZrO_2 Nanoparticles Coated by Polyelectrolyte at Different Concentrated Suspensions. *Nanoscale Research Letters* **2015**, *10*, 1-13.
52. Beat (acustics). [en.wikipedia.org/wiki/Beat_\(acustics\)](http://en.wikipedia.org/wiki/Beat_(acustics)) (skatīts 01.01.2020)
53. Malvern Instruments (2012) Dynamic light scattering: an introduction in 30 minutes. Technical Note Malvern, MRK656-01
54. Noack H., Moitzi, C. Modulator monitoring during measuring electromobility. EP 2735870A1, Dec 27 20
55. Breg J. C *An Introduction to Interfaces & Colloids The Bridge to Nanoscience*; World Scientific: New Jersey, 2010.

56. Weiner B. B., Tschatnuter W. W. Uses and Abuses of Photon Correlation Spectroscopy in Particle Sizing In: *Particle size distribution: assessment and characterization*; Provder T. Ed.; ACS Symposium Series 332; American Chemical Society: Washington, DC, 1987; pp 53-58.

57. Bott S. E. Submicrometer Particle Sizing by Photon Correlation Spectroscopy: Use of Multiple-Angle Detection In: *Particle size distribution: assessment and characterization*; Provder T. Ed.; ACS Symposium Series 332; American Chemical Society: Washington, DC, 1987; pp 80-81.

58. Pecora, R. *Dynamic light scattering: applications of photon correlation spectroscopy*; Plenum Press: New York, 1985.

59. *Litesizer™ Series Instruments: Litesizer™ 100 & Litesizer™ 500: Light Scattering Instruments for Particle Analysis*; Reference Guide: Gratz, Austria, April 2018

60. Finsky R., Jaeger N. Particle Sizing by Photon Correlation Spectroscopy, *Part. Part. Syst. Charact.* **1991**, *8*, 183.7-19

61. Berne, B. J.; Pecora, R. *Dynamic light scattering: with applications to chemistry, biology and physics*; John Wiley & Sons, Inc.: New York, 1976.

62. Jachimska, B.; Adamczyk, Z. Characterization of Rheological Properties of Colloidal Zirconia. *Journal of the European Ceramic Society* **2007**, *27*, 2209–2215.

63. Cui, H.; Li, Q.; Gao, S.; Shang, J. K. Strong Adsorption of Arsenic Species by Amorphous Zirconium Oxide Nanoparticles. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* **2012**, *18*, 1418–1427.

64. Pérez-Maqueda, L. A.; Matijević, E. Preparation and Characterization of Nanosized Zirconium (Hydrous) Oxide Particles. *Journal of Materials Research* **1997**, *12*, 3286–3292.

65. Arantes, T. M.; Mambrini, G. P.; Stroppa, D. G.; Leite, E. R.; Longo, E.; Ramirez, A. J.; Camargo, E. R. Stable Colloidal Suspensions of Nanostructured Zirconium Oxide Synthesized by Hydrothermal Process. *Journal of Nanoparticle Research* **2010**, *12*, 3105–3110.

66. Calculating Volume Distributions From Dynamic Light Scattering Data.
<https://www.materials-talks.com/wp-content/uploads/2017/01/FAQ-Calculating-volume-distributions-from-DLS-data.pdf>

67. Li, L.; Zhang, J.; Wang, Y. *J. Memb. Sci.* **2003**, *226*, 159–167.

6. PIELIKUMI

1. pielikums. Mērījumu rezultātu tabulas.

4.1. tabula

5CeI1SER mērījumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

pc(H ₃ PO ₄), M	0	1	2	3	4	5
Parauga nosaukums	5Ce1F_p	5Ce2 F_p	5Ce3F _p	5Ce4 F_p	5Ce5 F_p	5Ce6F_p
Hidrodināmisks diametrs dh, μm	2,98	4,03	2,54	4,44	0,24	0,22
Polidispersitātes indekss Q, %	10,06	3,16	108,35	18,77	20,78	25,33
Pirmās smailes intensitātes diametrs dI, μm	2,75	2,77	1,87	3,77	0,22	0,25
Pirmās smailes tilpuma diametrs dV, μm	2,90	2,82	1,93	3,86	0,18	0,12
Otrās smailes tilpuma diametrs dV2, μm					0,30	0,37
Pirmās smailes skaita diametr dn, μm	2,54	2,69	1,83	3,51	0,16	0,09
Diffūzijas koeficients D, μm ² /s	0,16	0,12	0,18	0,10	1,90	2,08
Gaismas caurlaidība, %	27,43	11,07	24,30	20,22	53,09	47,79
Laiks	25.02.20 12:53	25.02. .20 13:25	25.02.2 0 13:44	25.02. 20 14:02	25.02. 20 14:26	25.02.20 14:59

4.2. tabula

5CeI1SER mēriumu sērijas ELS eksperimenta rezultāti

pc(H ₃ PO ₄), M	0	1	2	3	4	5
Parauga nosaukums	5Ce1F_z	5Ce2F_z	5Ce3F_z	5Ce4F_z	5Ce5F_z	5Ce6F_z
Vidējais zeta potenciāls, mV	-15,09	-11,90	-5,27	4,75	-5,45	-2,48
Standārtnovirze, mV	2,18	0,62	0,25	1,29	0,26	0,24
Elektroferētiska mobilitāte, μm*cm/Vs	-1,18	-0,93	-0,41	0,37	-0,42	-0,19

Elektrovadītspēja, mS/cm	41,33	18,41	5,29	1,12	0,38	0,39
Zeta potenciāla smailes maksimums, mV	-3.97	-11.32	-4.81	-0.29	-5.86	-1.82
Vidējā intensitāte, kcps	440,87	440,87	440,87	440,87	440,87	440,87
Piemeklēts spriegums, V	3,19	5,38	9,44	18,19	31,21	30,25
Caurlaidība, %	24,88	11,40	30,64	13,65	40,61	30,13
	25.02.20	25.02.20	25.02.20	25.02.20	25.02.20	25.02.20
Laiks	13:04	13:31	13:52	14:11	14:48	15:13

4.3. tabula

5CeIF2SER mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

pc(H ₃ PO ₄), M	0	1	1	2	3
	5Ce1F2SER	5Ce2F2SER	5Ce2F2SER	5Ce3F2SER	5Ce4F2SER
Parauga nosaukums	_p	_p	_p2	_p	_p
Hidrodināmiskais diametrs dh, μm	1,01	2,29	3,70	3,75	9,33
Polidispersitātes indekss Q, %	1,14	16,93	12,57	530,57	15 148,19
Pirmās smailes intensitātes diametrs dI, μm	1,02	2,11	2,93	1,87	1,38
Pirmās smailes tilpuma diametrs dV, μm	1,05	2,19	3,00	1,97	1,42
Pirmās smailes skaita diametr dn, μm	1,00	2,05	2,80	1,82	1,37
Diffūzijas koeficients D, μm ² /s	0,49	0,21	0,13	0,13	0,05
Gaismas caurlaidība, %	18,43	15,79	15,29	16,99	11,53
	2020.05.07	2020.05.07	2020.05.07	2020.05.07	2020.05.07
Laiks	14:54	14:21	14:29	13:47	13:05

4.4. tabula

5CeIF2SER mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti (turpinājums)

pc(H ₃ PO ₄), M	3	4	5
Parauga nosaukums	5Ce4F2SER_p2	5Ce5F2SER_p	5Ce6F2SER_p
Hidrodināmisks diametrs dh, μm	2,01	0,16	2,41
Polidispersitātes indekss Q, %	9,22	18,91	436,27
Pirmās smailes intensitātes diametrs dI, μm	2,21	0,15	1,15
Pirmās smailes tilpuma diametrs dV, μm	2,30	0,12	1,20
Pirmās smailes skaita diametr dn, μm	2,13	0,10	1,13
Diffūzijas koeficients D, μm ² /s	0,24	3,13	0,20
Gaismas caurlaidība, %	11,20	58,00	15,13
Laiks	2020.05.07 13:15	2020.05.07 12:51	2020.05.07 12:18

4.5. tabula

5Ce1F2SER mēriumu sērijas ELS eksperimenta rezultāti

pc(H ₃ PO ₄), M	0	1	2
	5Ce1F2SER_z	5Ce2F2SER_z	5Ce3F2SON_z
Parauga nosaukums	2	2	2
Vidējais zeta potenciāls, mV	-15,01	-6,28	-3,41
Standārtnovirze, mV	1,69	0,81	0,29
Elektroferētiska mobilitāte, μm*cm/Vs	-1,17	-0,49	-0,27
Elektrovadītspēja, mS/cm	42,89	16,34	3,86
Zeta potenciāla smailes maksimums, mV	0,00	-3,08	-3,05
Vidējā intensitāte	440,87	440,87	440,87
Piemeklēts spriegums, V	3,19	5,38	10,48
Caurlaidība, %	16,45	19,13	12,40
Laiks	12.05.20 14:48	12.05.20 15:18	12.05.20 15:39

4.6. tabula

5CeIF2SER mēriumu sērijas ELS eksperimenta rezultāti (turpinājums)

pc(H ₃ PO ₄), M	3	4	5
Parauga nosaukums	5Ce4F2SER_ z	5Ce5F2SER_ z	5Ce6F2SER_ z
Vidējais zeta potenciāls, mV	-2,63	-18,02	-2,92
Standārtnovirze, mV	0,58	0,26	1,23
Elektroferētiska mobilitāte, μm*cm/Vs	-0,20	-1,40	-0,23
Elektrovadītspēja, mS/cm	1,03	0,52	0,17
Zeta potenciāla smailes maksimums, mV	-3,59	-18,56	-4,19
Vidējā intensitāte	440,87	440,87	440,87
Piemeklēts spriegums, V	18,94	25,89	40,00
Caurlaidība, %	9,96	54,26	12,42
Laiks	07.05.20 13:29	07.05.20 12:57	07.05.20 12:34

4.7. tabula

3CeIF2SER mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

pc(H ₃ PO ₄), M	0	1	2
Parauga nosaukums	3Ce1F2SER_p	3Ce2F2SER_p	3Ce3F2SER_p
Hidrodināmiskais diametrs dh, μm	2,55	1,61	3,91
Polidispersitātes indekss Q, %	437,90	25,13	2 219,40
Pirmās smailes intensitātes diametrs dI, μm	1,50	1,57	1,42
Pirmās smailes tilpuma diametrs dV, μm	1,54	1,63	1,47
Pirmās smailes skaita diametr dn, μm	1,48	1,54	1,40
Diffūzijas koeficients D, μm ² /s	0,19	0,30	0,13
Gaismas caurlaidība, %	32,28	35,97	35,17
Laiks	07.05.20 11:42	07.05.20 11:06	07.05.20 10:33

3Ce1F2SER mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti (turpinājums)

pc(H ₃ PO ₄), M	3	4	5
Parauga nosaukums	3Ce4F2SER_p	3Ce5F2SER_p	3Ce6F2SER_p
Hidrodināmiskais diametrs dh, μm	3,02	0,29	0,16
Polidispersitātes indekss Q, %	888,30	25,56	20,56
Pirmās smailes intensitātes diametrs dI, μm	1,39	0,48	0,16
Otrās smailes intensitātes diametrs dI2, μm		0,14	
Pirmās smailes tilpuma diametrs dV, μm	1,43	0,10	0,11
Otrās smailes tilpuma diametrs dV2, μm		0,51	
Pirmās smailes skaita diametr dn, μm	1,37	0,08	0,09
Diffūzijas koeficients D, μm ² /s	0,16	1,67	3,15
Gaismas caurlaidība, %	34,54	48,96	66,37
Laiks	07.05.20 10:12	07.05.20 09:25	07.05.20 09:40

3Ce1F2SER mēriumu sērijas ELS eksperimenta rezultāti

pc(H ₃ PO ₄), M	0	1	2	3	4	5
	3Ce1F2S	3Ce2F2S	3Ce3F2S	3Ce4F2S	3Ce5F2S	3Ce6F2S
Parauga nosaukums	ER_z	ER_z	ER_z	ER_z	ER_z	ER_z
Vidējais zeta potenciāls, mV	-22,43	-13,46	-6,36	0,80	-14,26	-14,78
Standārtnovirze, mV	3,83	1,13	0,32	0,11	2,06	1,58
Elektroferētiska mobilitāte, μm*cm/Vs	-1,75	-1,05	-0,50	0,06	-1,11	-1,15
Elektrovadītspēja, mS/cm	44,03	17,63	3,83	0,56	0,06	0,04
Zeta potenciāla smailes maksimums, mV	-6,77	-14,10	-5,68	-3,40	-15,35	-16,22
Vidējā intensitāte	440,87	440,87	440,87	440,87	440,87	440,87
Piemeklēts spriegums, V	3,19	5,38	10,69	26,35	40,00	40,00

Caurlaidība, %	31,67	36,10	32,26	28,55	46,75	65,84
Laiks	07.05.20 12:02	07.05.20 11:13	07.05.20 10:40	07.05.20 10:21	07.05.20 10:00	07.05.20 09:45

4.10. tabula

iCe5F mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

c(ZrO ₂),mg/L	36,4	72,8	109	146	182
Parauga nosaukums	1Ce5F_p	2Ce5F_p	3Ce5F_p	4Ce5F_p	5Ce5F_p
Hidrodināmiskais diametrs d _h , μm	0,49	0,15	0,13	0,12	0,13
Polidispersitātes indekss Q, %	20,40	24,07	19,23	19,88	21,71
Pirmās smailes intensitātes diametrs d _I , μm	0,51	0,15	0,13	0,12	0,14
Otrās smailes intensitātes diametrs d _{I2} , μm	0,06				
Pirmās smailes tilpuma diametrs d _V , μm	0,06	0,10	0,10	0,08	0,09
Otrās smailes tilpuma diametrs d _{V2} , μm	0,52				
Pirmās smailes skaita diametrs d _n , μm	0,06	0,08	0,08	0,06	0,07
Diffūzijas koeficients D, μm ² /s	1,01	3,33	3,70	4,26	3,74
Gaismas caurlaidība, %	70,66	73,47	64,82	72,51	63,42
Laiks	05.03.20 13:26	05.03.20 13:48	05.03.20 14:17	05.03.20 14:29	05.03.20 14:47

4.11. tabula

iCe5F mēriumu sērijas ELS eksperimenta rezultāti

c(ZrO ₂),mg/L	36,4	72,8	109	146	182
Parauga nosaukums	1Ce5F_z	2Ce5F_z	3Ce5F_z	4CeF5_z	5Ce5F_z

Vidējais zeta potenciāls, mV	-12,64	-11,99	-12,33	-15,50	-19,86
Standārtnovirze, mV	4,79	0,59	0,60	1,52	2,58
Elektroferētiska mobilitāte, $\mu\text{m}^2/\text{Vs}$	-0,98	-0,93	-0,96	-1,21	-1,55
Elektrovadītspēja, uS/cm	88,98	57,34	80,49	31,44	45,80
Zeta potenciāla smailes maksimums, mV	-13,90	-11,69	-10,64	-17,33	-8,61
Vidējā intensitāte, kcps	440,87	440,87	440,87	440,87	440,87
Piemeklēts spriegums, V	40,00	40,00	40,00	40,00	40,00
Caurlaidība, %	70,88	70,15	70,98	70,66	61,19
Laiks	05.03.20 13:35	05.03.20 14:06	05.03.20 14:24	05.03.20 14:33	05.03.20 14:51

4.12. tabula

5CeFDZ mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

pc(H ₃ PO ₃)	0	1	2	3	4	3	5
Parauga nosaukums	5Ce1F_ p_dz	5Ce2F_ p_dz	5Ce3F_ p_dz	5Ce4F_ p_dz	5Ce5F_ p_dz	5Ce3F_ dz2_p	5Ce6F_ dz2_p
Hidrodināmiskais diametrs dh, μm	2,22	2,03	2,47	1,43	1,28	2,81	3,37
Polidispersitātes indekss Q, %	92,57	7,62	987,82	51,86	33,22	15,95	31,58
Pirmās smailes intensitātes diametrs dI, μm	1,73	2,48	1,01	1,13	1,07	2,62	3,87
Pirmās smailes tilpuma diametrs dV, μm	1,79	2,58	1,06	1,15	1,10	2,77	4,50
Pirmās smailes skaita diametr dn, μm	1,71	2,37	0,98	1,11	1,05	2,45	2,73
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	0,10	0,11	0,09	0,16	0,18	0,08	0,07
Gaismas caurlaidība, %	29,48	18,86	39,31	29,63	25,51	15,45	15,96
Laiks	30.03.20 15:32	30.03.20 16:13	30.03.20 16:50	30.03.20 17:23	30.03.20 17:46	12.05.20 13:30	12.05.20 14:03

4.13. tabula

5CeFDZ mēriumu sērijas ELS eksperimenta rezultāti

pc(H ₃ PO ₄)	0	1	2
Parauga nosaukums	5Ce1F_z_dz	5Ce2F_z_dz	5Ce3F_z_dz
Vidējais zeta potenciāls, mV	-8,31	-3,66	-6,12
Standārtnovirze, mV	1,16	0,75	0,30
Elektroferētiska mobilitāte, μm*cm/Vs	-0,36	-0,16	-0,27
Elektrovadītspēja, mS/cm	34,55	13,09	2,87
Zeta potenciāla smailes maksimums, mV	-3,55	-4,25	-4,66
Vidējā intensitāte, kcps	440,87	440,87	440,87
Piemeklēts spriegums, V	3,81	6,00	12,05
Caurlaidība, %	24,20	17,80	37,18
Laiks	30.03.20 15:51	30.03.20 16:20	30.03.20 16:57

4.14. tabula

5CeFDZ mēriumu sērijas ELS eksperimenta rezultāti(turpinājums)

pc(H ₃ PO ₄)	3	4	2	5
Parauga nosaukums	5Ce4F_z_dz	5Ce5F_z_dz	5Ce3F_dz2_ z	5Ce6F_dz2_z
Vidējais zeta potenciāls, mV	-7,74	-0,45	-3,61	-10,23
Standārtnovirze, mV	0,38	0,67	0,17	0,36
Elektroferētiska mobilitāte, μm*cm/Vs	-0,34	-0,02	-0,28	-0,80
Elektrovadītspēja, mS/cm	0,47	0,09	3,66	0,11

Zeta potenciāla smailes maksimums, mV	-6,09	2,09	-4,65	-8,50
Vidējā intensitāte, kcps	440,87	440,87	440,87	440,87
Piemeklēts spriegums, V	27,97	40,00	10,87	40,00
Caurlaidība, %	21,06	23,70	14,93	13,90
Laiks	30.03.20 17:31	30.03.20 17:53	12.05.20 13:45	12.05.20 14:16

4.15. tabula

5CeFDZ_V mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

Parauga nosaukums	5Ce1F_p _dz_v	5Ce2F_p _dz_v	5Ce3F_d z2_p	5Ce4F_p _dz_v	5Ce5F_p _dz_v	5Ce6F_d z2_p
pc(H ₃ PO ₄)	0	1	2	3	4	5
Hidrodināmiskais diametrs dh, µm	2,32	5,23	2,81	2,32	2,04	3,37
Polidispersitātes indekss Q, %	19,58	15,52	15,95	26,36	225,29	31,58
Pirmās smailes intensitātes diametrs dI, µm	1,76	3,68	2,62	1,85	1,31	3,87
Pirmās smailes tilpuma diametrs dV, µm	2,00	3,72	2,77	1,94	1,34	4,50
Pirmās smailes skaita diametr dn, µm	1,64	3,55	2,45	1,80	1,30	2,73
Diffūzijas koeficients D, µm ² /s	0,21	0,09	0,08	0,21	0,24	0,07
Gaismas caurlaidība, %	1,36	23,20	15,45	24,26	31,77	15,96
Laiks	02.04.20 13:22	02.04.20 14:05	12.05.20 13:30	02.04.20 14:27	02.04.20 14:51	12.05.20 14:03

4.16. tabula

5CeFDZ_V mēriumu sērijas ELS eksperimenta rezultāti

Parauga nosaukums	5Ce1F_	5Ce2F_	5Ce3F_d	5Ce4F_	5Ce5F_	5Ce6F_d
-------------------	--------	--------	---------	--------	--------	---------

	z_dz_v	z_dz_v	z2_z	z_dz_v	z_dz_v	z2_z
pc(H ₃ PO ₄)	0	1	2	3	4	5
Vidējais zeta potenciāls, mV	-9,88	-4,46	-3,61	-5,65	-5,16	-10,23
Standārtnovirze, mV	1,62	0,69	0,17	2,11	0,23	0,36
Elektroferētiska mobilitāte, μm*cm/Vs	-0,77	-0,35	-0,28	-0,44	-0,40	-0,80
Elektrovadītspēja, mS/cm	42,17	23,77	3,66	0,87	0,59	0,11
Zeta potenciāla smailes maksimums, mV	-8,92	-3,93	-4,65	-0,49	-5,32	-8,50
Vidējā intensitāte, kcps	440,87	440,87	440,87	440,87	440,87	440,87
Piemeklēts spriegums, V	3,19	4,75	10,87	21,31	26,11	40,00
Caur laidība, %	25,47	20,22	14,93	23,08	28,52	13,90
Laiks	02.04.20 13:34	02.04.20 14:14	12.05.20 13:45	02.04.20 14:34	02.04.20 14:58	12.05.20 14:16

4.17. tabula

2Ce5FTAU mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

Laiks no eksperimenta sākuma, min	0	6,62	13,22	19,93	26,55	33,25
Parauga nosaukums	2Ce5F_s on10+30 _p_serijs 1	2Ce5F_s on10+30 _p_serijs 2	2Ce5F_s on10+30 _p_serijs 3	2Ce5F_s on10+30 _p_serijs 4	2Ce5F_s on10+30 _p_serijs 5	2Ce5F_s on10+30 _p_serijs 6
Hidrodināmisks diametrs dh, μm	0,13	0,13	0,13	0,13	0,14	0,15
Polidispersitātes indekss Q, %	20,58	23,43	21,71	22,22	19,19	19,55
Pirmās smailes intensitātes diametrs dI, μm	0,14	0,14	0,13	0,13	0,14	0,15
Otrās smailes intensitātes diametrs dI2, μm	0,02					
Pirmās smailes tilpuma diametrs	0,02	0,08	0,09	0,08	0,10	0,10

dV, μm						
Otrās smailes tilpuma diametrs dV2, μm	0,08					
Pirmās smailes skaita diametr dn, μm	0,02	0,06	0,06	0,06	0,08	0,08
Otrās smailes skaita diametrs dn2, μm	0,06					
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	3,87	3,74	3,91	3,91	3,61	3,33
Gaismas caurlaidība, %	78,91	75,74	74,48	75,33	74,84	74,76
Laiks	05.03.20 15:58	05.03.20 16:05	05.03.20 16:11	05.03.20 16:18	05.03.20 16:25	05.03.20 16:31

4.18. tabula

2Ce5FTAU mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti (turpinājums)

Laiks no eksperimenta sākuma, min	39,88	46,52	53,15	59,85	66,48
Parauga nosaukums	2Ce5F_son 10+30_p_s erija 7	2Ce5F_son 10+30_p_s erija 8	2Ce5F_son 10+30_p_s erija 10	2Ce5F_son 10+30_p_s erija 11	2Ce5F_son 10+30_p_s erija 12
Hidrodināmiskais diametrs dh, μm	0,14	0,14	0,15	0,17	0,15
Polidispersitātes indekss Q, %	14,72	16,22	9,89	2,61	13,50
Pirmās smailes intensitātes diametrs dI, μm	0,15	0,13	0,13	0,14	0,14
Pirmās smailes tilpuma diametrs dV, μm	0,11	0,11	0,11	0,13	0,11
Pirmās smailes skaita diametr dn, μm	0,10	0,09	0,10	0,12	0,10
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	3,40	3,57	3,37	2,88	3,35
Gaismas caurlaidība, %	75,08	74,80	74,67	74,80	74,61
Laiks	05.03.20	05.03.20	05.03.20	05.03.20	05.03.20

	16:38	16:45	16:51	16:58	17:05
--	-------	-------	-------	-------	-------

4.19. tabula

5Ce5FTAU25T mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

Laiks no eksperimenta sākuma, min	0,00	6,58	13,22	19,93	26,67
Parauga nosaukums	5Ce5F_son 40_p_serija 1	5Ce5F_son 40_p_serija 2	5Ce5F_son 40_p_serija 3	5Ce5F_son 40_p_serija 4	5Ce5F_son 40_p_serija 5
Hidrodināmiskais diametrs d_h , μm	0,15	0,16	0,20	0,15	0,16
Polidispersitātes indekss Q, %	17,23	25,00	19,72	23,68	24,47
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	0,17	0,17	0,17	0,17	0,18
Otrās smailes intensitātes diametrs d_{I2} , μm	1,31		1,12		
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	0,09	0,09	0,09	0,09	0,08
Otrās smailes tilpuma diametrs d_{V2} , μm	0,33	0,31	0,38	0,31	0,33
Pirmās smailes skaita diametr d_n , μm	0,07	0,07	0,07	0,06	0,06
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	3,17	3,05	2,41	3,22	3,11
Gaismas caurlaidība, %	56,17	51,48	49,32	51,05	51,69
Laiks	12.03.20 13:22	12.03.20 13:29	12.03.20 13:35	12.03.20 13:42	12.03.20 13:49

4.20. tabula

5Ce5FTAU25T mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

Laiks no eksperimenta sākuma, min	33,28	39,00	46,72	53,43	60,13	66,85
-----------------------------------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

Parauga nosaukums	5Ce5F_so n40_p_ser ija 6	5Ce5F_so n40_p_ser ija 7	5Ce5F_so n40_p_ser ija 8	5Ce5F_so n40_p_ser ija 9	5Ce5F_so n40_p_ser ija 10	5Ce5F_so n40_p_ser ija 11
Hidrodināmisks diametrs d_h , μm	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
Polidispersitātes indekss Q, %	17,19	22,70	25,54	24,83	22,23	23,85
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	0,16	0,18	0,20	0,19	0,18	0,16
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	0,10	0,09	0,08	0,09	0,09	0,09
Otrās smailes tilpuma diametrs d_{V2} , μm	0,30	0,34	0,37	0,42	0,34	0,30
Pirmās smailes skaita diametr d_n , μm	0,08	0,07	0,06	0,07	0,07	0,07
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	3,20	3,22	3,29	3,25	3,20	3,33
Gaismas caurlaidība, %	51,83	52,06	51,64	52,06	51,78	51,93
Laiks	12.03.20 13:56	12.03.20 14:02	12.03.20 14:09	12.03.20 14:16	12.03.20 14:22	12.03.20 14:29

4.21. tabula

5Ce5FTA70T mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

Laiks no eksperimenta sākuma	0	9.97	16.68	23.4	30.15
Parauga nosaukums	5Ce5F40son 70T_seija_p _serija 1	5Ce5F40son 70T_seija_p _serija 2	5Ce5F40son 70T_seija_p _serija 3	5Ce5F40son 70T_seija_p _serija 4	5Ce5F40son 70T_seija_p _serija 5
Hidrodināmisks diametrs d_h , μm	0,18	0,15	0,15	0,16	0,15
Polidispersitātes indekss Q, %	26,55	20,64	21,98	20,52	21,35
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	0,28	0,16	0,17	0,18	0,17
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	0,09	0,11	0,10	0,10	0,10
Otrās smailes tilpuma diametrs d_{V2} , μm	0,47		0,32	0,33	
Pirmās smailes skaita diametr d_n ,	0,08	0,08	0,07	0,08	0,08

μm					
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	6,74	8,12	8,08	7,78	8,13
Gaismas caurlaidība, %	62,41	60,83	61,18	61,05	61,44
Laiks	12.03.20 14:49	12.03.20 14:59	12.03.20 15:06	12.03.20 15:13	12.03.20 15:19

4.22. tabula

5Ce5FTAU70T mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti (turpinājums)

Laiks no eksperimenta sākuma, min	36.77	43.48	50.22	56.83	63.55	70.27
Parauga nosaukums	5Ce5F40 son70T_s eija_p_se rija 6	5Ce5F40 son70T_s eija_p_se rija 7	5Ce5F40 son70T_s eija_p_se rija 8	5Ce5F40 son70T_s eija_p_se rija 9	5Ce5F40 son70T_s eija_p_se rija 10	5Ce5F40 son70T_s eija_p_se rija 11
Hidrodināmiskais diametrs dh, μm	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
Polidispersitātes indekss Q, %	20,83	19,09	21,49	21,03	21,12	21,05
Pirmās smailes intensitātes diametrs dI, μm	0,17	0,17	0,15	0,17	0,17	0,16
Pirmās smailes tilpuma diametrs dV, μm	0,09	0,10	0,11	0,09	0,10	0,10
Otrās smailes tilpuma diametrs dV2, μm	0,32			0,32	0,31	
Pirmās smailes skaita diametr dn, μm	0,05	0,07	0,08	0,06	0,07	0,08
Gaismas caurlaidība, %	61,69	61,75	61,84	62,36	62,17	62,29
Laiks	12.03.20 15:26	12.03.20 15:33	12.03.20 15:39	12.03.20 15:46	12.03.20 15:53	12.03.20 15:59

4.23. tabula

3Ce5Fix10SON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

Kopejais sonifikācijas laiks, min	0	10	20	30
	3Ce5F0son_ p	3Ce5F1x10 son_p	3Ce5F2x10 son_p	3Ce5F3x10 son_p
Hidrodināmiskais diametrs d_h , μm	3,22	0,27	0,15	0,15
Polidispersitātes indekss Q, %	23,79	23,68	21,95	20,92
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	1,03	0,30	0,17	0,16
Otrās smailes intensitātes diametrs d_{I2} , μm	6,79	3,20		
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	6,96	0,10	0,10	0,10
Otrās smailes tilpuma diametrs d_{V2} , μm	1,09	0,42	0,32	
Pirmās smailes skaita diametrs d_n , μm	0,99	0,08	0,08	0,08
Otrās smailes skaita diametrs d_{n2} , μm	6,03			
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	0,15	1,82	3,22	3,28
Gaismas caurlaidība, %	21,50	53,87	66,95	68,34
	24.03.20	24.03.20	24.03.20	24.03.20
Laiks	14:28	14:47	15:03	15:21

4.24. tabula

3Ce5Fix10SON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

Kopejais sonifikācijas laiks, min	40	50	60
	3Ce5F4x10son_ p	3Ce5F5x10son_ p	3Ce5F6x10son_p
Parauga nosaukums			
Hidrodināmiskais diametrs d_h , μm	0,13	0,13	0,14
Polidispersitātes indekss Q, %	20,10	21,17	22,84
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	0,14	0,14	0,15
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	0,09	0,09	0,09
Pirmās smailes skaita diametrs d_n , μm	0,07	0,07	0,07

Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	3,80	3,83	3,57
Gaismas caurlaidība, %	70,38	70,24	71,55
Laiks	24.03.20 15:37	24.03.20 15:54	24.03.20 16:13

4.25. tabula

1Ce5Fix10SON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

Kopejais sonifikācijas laiks, min	0	10	20
Parauga nosaukums	1Ce5F0son_p	1Ce5F1x10son_p 2	1Ce5F2x10son_p
Hidrodināmiskais diametrs d_h , μm	2,36	1,03	1,17
Polidispersitātes indekss Q, %	32,17	31,26	211,99
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	1,17	0,66	0,71
Otrās smailes intensitātes diametrs d_{I2} , μm	6,33	5,61	
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	6,52	5,65	0,71
Otrās smailes tilpuma diametrs d_{V2} , μm	1,35	0,66	
Pirmās smailes skaita diametrs d_n , μm	1,09	0,63	0,68
Otrās smailes skaita diametrs d_{n2} , μm	5,38		
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	0,10	0,22	0,19
Gaismas caurlaidība, %	50,07	55,30	61,78
Laiks	3-24-2020 12:40	2020.03.24 13:12	2020.03.24 13:28

4.26. tabula

1Ce5Fix10SON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

Kopejais sonifikācijas laiks, min	30	40	50
Parauga nosaukums	1Ce5F2x10son_p2	1Ce5F4x10son_p	1Ce5F5x10son_p

Hidrodināmisks diametrs d_h , μm	1,79	1,32	1,83
Polidispersitātes indekss Q, %	371,07	27,58	251,52
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	1,05	0,97	1,08
Otrās smailes intensitātes diametrs d_{I2} , μm		13,66	
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	1,09	13,99	1,12
Otrās smailes tilpuma diametrs d_{V2} , μm		1,00	
Pirmās smailes skaita diametrs d_n , μm	1,03	0,94	1,07
Otrās smailes skaita diametrs d_{n2} , μm			
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	0,13	0,37	0,27
Gaismas caurlaidība, %	59,76	66,04	64,64
Laiks	24.03.20 13:33	24.03.20 14:03	24.03.20 14:22

4.27. tabula

5Ce5Fix5SON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

Kopejais sonifikācijas laiks, min	5	10	15	20
	5Ce5F1x5s	5Ce5F2x5s	5Ce5F3x5s	5Ce5F4x5s
Hidrodināmisks diametrs d_h , μm	on_p	on_p	on_p	on_p
Polidispersitātes indekss Q, %	0,54	0,37	1,50	0,40
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	0,32	17,89	246,98	17,66
Otrās smailes intensitātes diametrs d_{I2} , μm	0,41	0,34	0,93	0,49
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm		0,02		
Otrās smailes tilpuma diametrs d_{V2} , μm	0,41	0,02	0,96	0,62
Pirmās smailes skaita diametrs d_n , μm		0,35		0,17
Otrās smailes skaita diametrs d_{n2} , μm	0,39	0,02	0,91	0,15
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	0,39	0,64	0,61	0,94
Gaismas caurlaidība, %	23,06	27,66	22,67	25,92
Laiks	10.03.20 15:11	10.03.20 15:21	10.03.20 15:33	10.03.20 15:45

4.28. tabula

5Ce5Fix5SON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti (turpinājums)

Kopejais sonifikācijas laiks, min	25	30	35
Hidrodināmisks diametrs d_h , μm	5Ce5F5x5son_p	5Ce5F6x5son_p	5Ce5F7x5son_p
Polidispersitātes indekss Q, %	0,42	0,53	0,55
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	6,03	2,12	17,34
Otrās smailes intensitātes diametrs d_{I2} , μm	0,38	0,42	0,41
Otrās smailes tilpuma diametrs d_{V2} , μm	0,39	0,42	0,41
Otrās smailes skaita diametrs d_{n2} , μm	0,35	0,39	0,39
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	0,53	0,41	0,39
Gaismas caurlaidība, %	28,07	28,82	33,30
Laiks	10.03.20 15:57	10.03.20 16:08	10.03.20 16:19

4.29. tabula

5Ce1Fix5SON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

Kopejais sonifikācijas laiks, min	5	10	15	20
Parauga nosaukums	5Ce1F5son_p	5Ce1F5x2s on_p	5Ce1F3x5s on_p	5Ce1F4x5s on_p
Hidrodināmisks diametrs d_h , μm	2,31	2,52	1,94	1,80
Polidispersitātes indekss Q, %	236,87	16,12	27,41	40,73
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	1,48	2,56	1,89	1,64
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	1,53	2,65	1,97	1,68
Pirmās smailes skaita diametr d_n , μm	1,46	2,46	1,85	1,62
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	13,00	19,00	18,00	19,00
Gaismas caurlaidība, %	31,02	21,76	29,47	26,18
Laiks	10.03.2020 13:30:14	10.03.2020 13:45:34	10.03.2020 14:01:09	10.03.2020 14:15:19

4.30. tabula

5Ce1Fix5SON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

Kopejais sonifikācijas laiks, min	30	35	40
Parauga nosaukums	5Ce1F6x5son_p	5Ce1F7x5son_p	5Ce1F8x5son_p
Hidrodināmiskais diametrs d_h , μm	5,44	5,12	2,29
Polidispersitātes indekss Q, %	12877,72	2497,20	409,12
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	0,91	1,66	1,20
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	0,92	1,70	1,23
Pirmās smailes skaita diametr d_n , μm	0,89	1,64	1,19
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	23,00	19,00	14,00
Gaismas caurlaidība, %	23,71	18,04	22,70
Laiks	10.03.2020 14:28:25	10.03.2020 14:44:50	10.03.2020 14:57:58

4.31. tabula

3Ce1Fix10SON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

Kopejais sonifikācijas laiks	0	10	10	20
Parauga nosaukums	3Ce1F0son_p	3Ce1F1x10s_on_p	3Ce1F1x10s_on_p2	3Ce1F2x10s_on_p
Hidrodināmiskais diametrs d_h , μm	2,43	0,67	1,62	3,01
Polidispersitātes indekss Q, %	30,30	27,44	31,49	1 304,33
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	1,39	0,62	1,43	1,29
Otrās smailes intensitātes diametrs d_{I2} , μm	10,33			
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	1,77	0,61	1,53	1,33
Otrās smailes tilpuma diametrs d_{V2} , μm	11,95			
Pirmās smailes skaita diametr d_n , μm	1,32	0,59	1,38	1,27
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	0,20	0,73	0,30	0,16
Gaismas caurlaidība, %	26,53	51,77	49,93	45,09
Laiks	24.03.20	24.03.20	24.03.20	24.03.20

	16:19	16:37	16:44	17:02
--	-------	-------	-------	-------

4.32. tabula

3Ce1Fix10SON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti (turpinājums)

Kopejais sonifikācijas laiks	20	30	40	50
Parauga nosaukums	3Ce1F2x10s on_p2_ jauna kivete	3Ce1F3x10s on_p	3Ce1F4x10s on_p	3Ce1F5x10s on_p
Hidrodināmiskais diametrs d_h , μm	2,63	3,68	2,12	1,06
Polidispersitātes indekss Q, %	2,02	4 284,28	798,40	21,22
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	2,48	0,89	1,07	1,03
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	2,63	0,90	1,10	1,07
Pirmās smailes skaita diametr d_n , μm	2,33	0,88	1,05	1,00
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	0,19	0,13	0,23	0,46
Gaismas caurlaidība, %	47,25	47,87	55,61	58,62
Laiks	24.03.20 17:07	24.03.20 17:25	24.03.20 17:45	24.03.20 18:02

4.33. tabula

5Ce1F2xiSON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

Kopejais sonifikācijas laiks, min	0	2	4	6	8
Parauga nosaukums	5Ce5F2x 0SON_p	5Ce5F2x 1SON_p	5Ce5F2x 2SON_p	5Ce5F2x 3SON_p	5Ce5F2x 4SON_p
Hidrodināmiskais diametrs d_h , μm	5,80	0,21	0,18	0,16	0,15
Polidispersitātes indekss Q, %	2 332,19	21,45	24,24	22,21	21,16
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	1,74	0,24	0,21	0,18	0,17
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	1,82	0,12	0,10	0,10	0,11
Otrās smailes tilpuma diametrs d_{V2} , μm		0,36	0,36	0,31	0,29

Pirmās smailes skaita diametr dn, μm	1,70	0,08	0,08	0,07	0,09
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	0,08	2,31	2,70	3,09	3,17
Gaismas caurlaidība, %	6,42	42,73	50,96	44,65	55,79
Laiks	13.05.20 13:14	13.05.20 13:37	13.05.20 13:48	13.05.20 13:56	13.05.20 14:10

4.34. tabula

3Ce5F2xiSON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

Kopejais sonifikācijas laiks, min	0	2	4	6	8
Parauga nosaukums	3Ce5F2x 0SON_p	3Ce5F2x 1SON_p	3Ce5F2x 2SON_p	3Ce5F2x 3SON_p	3Ce5F2x 4SON_p
Hidrodināmiskais diametrs dh, μm	23,06	0,20	0,17	0,15	0,14
Polidispersitātes indekss Q, %	22,32	20,04	23,71	22,25	23,11
Pirmās smailes intensitātes diametrs dI, μm	2,21	0,19	0,19	0,17	0,16
Pirmās smailes tilpuma diametrs dV, μm	2,32	0,15	0,10	0,10	0,09
Otrās smailes tilpuma diametrs dV2, μm		0,29	0,34	0,32	
Pirmās smailes skaita diametr dn, μm	2,12	0,13	0,07	0,08	0,06
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	0,02	2,47	2,86	3,26	3,39
Gaismas caurlaidība, %	21,81	60,90	66,97	65,22	67,45
Laiks	11.05.20 15:26	11.05.20 15:37	11.05.20 15:46	11.05.20 15:53	11.05.20 16:00

4.35. tabula

3Ce5F2xiSON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti (turpinājums 1)

Kopejais sonifikācijas laiks, min	10	12	14	16	18
Parauga nosaukums	3Ce5F2x 5SON_p	3Ce5F2x 6SON_p	3Ce5F2x 7SON_p	3Ce5F2x 8SON_p	3Ce5F2x 9SON_p
Hidrodināmiskais diametrs dh, μm	0,15	0,14	0,13	0,13	0,13
Polidispersitātes indekss Q, %	26,07	23,46	22,48	23,13	16,45
Pirmās smailes intensitātes diametrs dI, μm	0,16	0,15	0,14	0,14	0,15
Pirmās smailes tilpuma diametrs dV, μm	0,07	0,09	0,09	0,08	0,08

Otrās smailes tilpuma diametrs dV2, μm	0,29				0,31
Pirmās smailes skaita diametr dn, μm	0,05	0,07	0,07	0,06	0,06
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	3,37	3,49	3,69	3,73	3,72
Gaismas caurlaidība, %	70,43	71,46	70,54	70,81	68,34
	11.05.20	11.05.20	11.05.20	11.05.20	11.05.20
Laiks	16:12	16:19	16:25	16:34	16:42

2.36. tabula

3Ce5F2xiSON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti (turpinājums 2)

Kopejais sonifikācijas laiks, min	20	30	40	50	60
	3Ce5F2x	3Ce5F2x	3Ce5F2x	3Ce5F2x	3Ce5F2x
	10SON_	10+10x1	10+10x2	10+10x3	10+10x4
Parauga nosaukums	p	SON_p	SON_p	SON_p	SON_p
Hidrodināmiskais diametrs dh, μm	0,14	0,12	0,12	0,11	0,11
Polidispersitātes indekss Q, %	24,17	23,31	24,33	22,54	24,76
Pirmās smailes intensitātes diametrs dI, μm	0,15	0,13	0,15	0,12	0,12
Pirmās smailes tilpuma diametrs dV, μm	0,08	0,08	0,07	0,07	0,07
Otrās smailes tilpuma diametrs dV2, μm			0,34		
Pirmās smailes skaita diametr dn, μm	0,06	0,06	0,06	0,05	0,05
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	3,63	3,96	3,97	4,45	4,50
Gaismas caurlaidība, %	67,47	72,48	71,37	70,18	61,21
	11.05.20	11.05.20	11.05.20	11.05.20	11.05.20
Laiks	16:50	17:08	17:26	17:42	17:59

3.37. tabula

3Ce5F2xiSON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti (turpinājums 3)

Kopejais sonifikācijas laiks, min	70	80	90	150
	3Ce5F2x10	3Ce5F2x10	3Ce5F2x10	3Ce5F2x10
	+10x5SON_	+10x6SON	+10x7SON	+10x7+60S
Parauga nosaukums	p	_p	_p	ON_p

Hidrodināmisks diametrs d_h , μm	0,10	0,10	0,11	0,11
Polidispersitātes indekss Q, %	21,86	23,88	22,45	23,61
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	0,12	0,12	0,12	0,12
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	0,07	0,06	0,03	0,06
Otrās smailes tilpuma diametrs d_{V2} , μm			0,07	
Pirmās smailes skaita diametr d_n , μm	0,05	0,05	0,03	0,04
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	4,71	4,70	4,47	4,49
Gaismas caurlaidība, %	73,03	63,84	68,82	65,61
Laiks	11.05.20 18:16	11.05.20 18:30	11.05.20 18:44	11.05.20 19:50

4.38. tabula

5Ce0F2xiSON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti

Kopejais sonifikācijas laiks, min	0	2	4	6	8
Parauga nosaukums	5Ce0F2x 0SON_p	5Ce0F2x 1SON_p	5Ce0F2x 2SON_p	5Ce0F2x 3SON_p	5Ce0F2x 4SON_p
Hidrodināmisks diametrs d_h , μm	3,40	0,72	0,34	0,23	0,17
Polidispersitātes indekss Q, %	29,30	30,63	26,70	23,38	24,40
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	2,81	1,49	0,37	0,24	0,18
Otrās smailes intensitātes diametrs d_{I2} , μm		0,25	2,14	2,70	
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	3,15	2,03	0,10	0,13	0,10
Otrās smailes tilpuma diametrs d_{V2} , μm		0,17	2,27	2,78	0,32
Pirmās smailes skaita diametr d_n , μm	2,38	0,16	0,06	0,11	0,07
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	0,14	0,68	1,43	2,17	2,96
Gaismas caurlaidība, %	8,80	25,97	43,50	50,05	60,61
Laiks	14.05.20 16:14	14.05.20 16:27	14.05.20 16:36	14.05.20 16:50	14.05.20 17:02

4.39. tabula

5Ce0F2xiSON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti (turpinājums 1)

Kopejais sonifikācijas laiks, min	10	12	14	16	18
Parauga nosaukums	5Ce0F2x 5SON_p	5Ce0F2x 6SON_p	5Ce0F2x 7SON_p	5Ce0F2x 8SON_p	5Ce0F2x 9SON_p
Hidrodināmiskais diametrs d_h , μm	0,16	0,14	0,14	0,13	0,13
Polidispersitātes indekss Q, %	22,90	24,20	23,32	21,27	22,07
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	0,17	0,16	0,17	0,14	0,14
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	0,11	0,10	0,08	0,08	0,08
Otrās smailes tilpuma diametrs d_{V2} , μm	0,30	0,30	0,35		
Pirmās smailes skaita diametr d_n , μm	0,09	0,08	0,06	0,06	0,07
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	3,15	3,53	3,47	3,69	3,90
Gaismas caurlaidība, %	60,99	64,45	66,53	68,22	64,58
Laiks	14.05.20 17:08	14.05.20 17:18	14.05.20 17:23	14.05.20 17:31	14.05.20 17:38

4.40. tabula

5Ce0F2xiSON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti (turpinājums 2)

Kopejais sonifikācijas laiks, min	20	30	40	50	60
Parauga nosaukums	5Ce0F2x 10SON_ p	5Ce0F2x 10+10x1 SON_p	5Ce0F2x 10+10x2 SON_p (2)	5Ce0F2x 10+10x3 SON_p	5Ce0F2x 10+10x4 SON_p
Hidrodināmiskais diametrs d_h , μm	0,13	0,12	0,11	0,11	0,11
Polidispersitātes indekss Q, %	23,71	22,52	23,66	23,98	23,42
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	0,15	0,14	0,13	0,12	0,12
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	0,08	0,07	0,07	0,07	0,07
Otrās smailes tilpuma diametrs d_{V2} , μm	0,30				
Pirmās smailes skaita diametr d_n , μm	0,06	0,05	0,05	0,05	0,05

Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	3,76	4,16	4,31	4,58	4,42
Gaismas caurlaidība, %	66,96	69,86	69,80	73,36	64,33
	14.05.20	14.05.20	14.05.20	14.05.20	14.05.20
Laiks	17:45	18:01	18:17	18:38	18:52

4.41. tabula

5Ce0F2xiSON mēriumu sērijas DLS eksperimenta rezultāti (turpinājums 3)

Kopejais sonifikācijas laiks, min	70	80	90	150
Parauga nosaukums	5Ce0F2x10 +10x5SON _p	5Ce0F2x10 +10x6SON _p	5Ce0F2x10 +10x7SON _p	5Ce0F2x10 +10x7+60S ON_p
Hidrodināmisks diametrs d_h , μm	0,10	0,10	0,10	0,10
Polidispersitātes indekss Q, %	24,57	24,82	24,08	24,16
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	0,12	0,11	0,12	0,11
Pirmās smailes tilpuma diametrs d_V , μm	0,06	0,06	0,06	0,06
Pirmās smailes skaita diametr d_n , μm	0,04	0,05	0,05	0,05
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	4,72	5,02	4,85	4,87
Gaismas caurlaidība, %	73,52	70,99	68,19	73,83
	14.05.20	14.05.20	14.05.20	14.05.20
Laiks	19:06	19:21	19:36	20:41

4.42. tabula

3Ce1POL mēriumu sērijas DLS rezultāti

pγ(POL)	-1	0	1	2
Parauga nosaukums	3C10Pol_p	3C1Pol_p	3Ce1Pol_p	3Ce2Pol_p
Hidrodināmisks diametrs d_h , μm	0,23	0,20	0,15	0,21
Polidispersitātes indekss Q, %	23,52	23,94	20,22	20,08
Pirmās smailes intensitātes diametrs d_I , μm	0,23	0,22	0,18	0,20

Pirmās smailes tilpuma diametrs dV, μm	0,15	0,13	0,10	0,15
Otrās smailes tilpuma diametrs dV2, μm	0,34	0,34	0,35	0,30
Pirmās smailes skaita diametr dn, μm	0,13	0,11	0,09	0,13
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	2,16	2,45	3,19	2,37
Gaismas caurlaidība, %	61,91	62,86	68,14	61,91
	19.05.20	19.05.20	15.05.20	15.05.20
Laiks	13:18	12:58	14:48	14:24

4.43. tabula

3CePOL mērījumu sērijas DLS rezultāti(turpinājums)

pγ(POL)	3	4	5	6
Parauga nosaukums	3Ce3Pol_p	3Ce4Pol_p	3Ce5Pol_p	3Ce6Pol_p
Hidrodināmiskais diametrs dh, μm	1,95	0,34	0,40	0,39
Polidispersitātes indekss Q, %	25,02	21,60	23,68	19,23
Pirmās smailes intensitātes diametrs dI, μm	1,94	0,37	0,45	0,44
Otrās smailes intensitātes diametrs dI2, μm			0,06	0,03
Pirmās smailes tilpuma diametrs dV, μm	2,21	0,44	0,05	0,03
Otrās smailes tilpuma diametrs dV2, μm		0,17	0,46	0,49
Pirmās smailes skaita diametr dn, μm	1,77	0,16	0,05	0,03
Otrās smailes skaita diametr dn2, μm		0,36		
Diffūzijas koeficients D, $\mu\text{m}^2/\text{s}$	0,25	1,45	1,22	1,25
Gaismas caurlaidība, %	46,02	64,62	64,82	64,96
	15.05.20	15.05.20	15.05.20	15.05.20
Laiks	13:58	13:38	13:10	12:42

4.44. tabula

3CePOL mērījumu sērijas ELS rezultāti

pγ(POL)	-1	0	1	2
Parauga nosaukums	3C10Pol_z	3C1Pol_z	3Ce1Pol_z	3Ce2Pol_z
Vidējais zeta potenciāls, mV	-54,88	-53,01	-27,34	-18,63

Standārtnovirze, mV	0,69	0,43	1,91	2,94
Elektroferētiska mobilitāte, $\mu\text{m}^*\text{cm}/\text{Vs}$	-4,28	-4,13	-2,13	-1,45
Elektrovadītspēja, mS/cm	6,08	0,69	0,12	0,07
Zeta potenciāla smailes maksimums, mV	-52,93	-53,61	-26,77	-17,16
Vidējā intensitāte, kcps	440,87	440,87	440,87	440,87
Piemeklēts spriegums, V	8,83	24,37	40,00	40,00
Caurlaidība, %	64,29	61,25	68,43	62,35
Laiks	19.05.20 13:23	19.05.20 13:02	15.05.20 14:53	15.05.20 14:35

4.45. tabula

3CePOL mērījumu sērijas ELS rezultāti

pγ(POL)	3	4	5
Parauga nosaukums	3Ce3Pol_z	3Ce4Pol_z	3Ce5Pol_z
Vidējais zeta potenciāls, mV	-5,24	-6,07	2,98
Standārtnovirze, mV	1,67	0,29	3,69
Elektroferētiska mobilitāte, $\mu\text{m}^*\text{cm}/\text{Vs}$	-0,41	-0,47	0,23
Elektrovadītspēja, mS/cm	0,07	0,12	0,09
Zeta potenciāla smailes maksimums, mV	-5,13	-7,02	7,02
Vidējā intensitāte, kcps	440,87	440,87	440,87
Piemeklēts spriegums, V	40,00	40,00	40,00
Caurlaidība, %	31,31	54,68	59,08
Laiks	15.05.20 14:06	15.05.20 13:43	15.05.20 13:14

4.46. tabula

0CePOL mērījumu sērijas ELS rezultāti

pγ(POL)	-1	0	1	2	3
---------	----	---	---	---	---

	0C10Pol0	0C1Pol0S	0Ce1Pol0	0Ce2Pol0	0Ce3Pol0
Parauga nosaukums	SON_z	ON_z	SON_z	SON_z	SON_z
Vidējais zeta potenciāls, mV	-50,28	-42,58	-9,82	-24,27	-21,91
Standārtnovirze, mV	2,40	3,01	12,01	3,26	4,81
Elektroferētiska mobilitāte, $\mu\text{m}^2\text{cm}/\text{Vs}$	-3,92	-3,32	-0,77	-1,89	-1,71
Elektrovadītspēja, mS/cm	5,76	0,65	0,06	0,03	0,07
Zeta potenciāla smailes maksimums, mV	-52,54	-42,83	-1,52	-12,07	-38,12
Vidējā intensitāte, kcps	440,87	440,87	440,87	440,87	440,87
Piemeklēts spriegums, V	9,09	25,25	40,00	40,00	40,00
Caurlaidība, %	78,54	63,21	65,63	84,37	85,44
Laiks	20.05.20 16:30	20.05.20 16:17	20.05.20 16:04	20.05.20 15:52	20.05.20 15:39