Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева

На правах рукописи

**04201356659**

**Кузовкова Анна Александровна**

**Синтез и коллоидно - химические свойства
гидрозолей оксида цинка**02.00.11 - Коллоидная химия

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата химических наук

Научный руководитель: доктор химических наук профессор Г.В. Авраменко

**Москва - 2013**

**СОДЕРЖАНИЕ**

Стр

[Введение 5](#bookmark3)

1. [Литературный обзор 7](#bookmark4)
	1. Физико-химические свойства кислородсодержащих

соединений цинка 7

* 1. [Области применения оксида цинка 10](#bookmark7)
		1. Биологическая роль цинка в живых системах 11
1. Применение оксида цинка в косметике и медицине 12
2. Другие области применения оксида цинка 15
	1. [Способы получения высокодисперсного оксида цинка 18](#bookmark10)
		1. Синтез оксида цинка в микроэмульсиях 18
3. Гидротермальный и сольвотермальный синтез оксида цинка 20
4. Синтез оксида цинка золь-гель методом 23
	1. Другие способы получения высокодисперсного оксида

[цинка 25](#bookmark6)

* + 1. Получение высокодисперсных форм оксида цинка методом

лазерной абляции 26

* + 1. Получение высокодисперсных форм оксида цинка методом

спрей-пиролиза 26

* + 1. Получение оксида цинка методом магнетронного

распыления. 27

* 1. Некоторые аспекты теории ДЛФО (Теория Дерягина Б.В.,

Ландау Л.Д, Э.Фервея, Я.Овербека - Теория коагуляции 28

золей под действием электролитов)

* 1. [Выводы из литературного обзора 34](#bookmark12)
1. Характеристики исходных материалов и методики

проведения экспериментов 35

* 1. [Объекты исследования 35](#bookmark14)
	2. [Методики проведения экспериментов 38](#bookmark15)
		1. Методика получения гидрозолей оксида цинка гидролизом

солей цинка 38

* + 1. Методика получения гидрозолей оксида цинка из

грубодисперсных порошков ZnO и ZnO (64Zn<l%) 39

* + 1. Получение ультрафильтрата и определение концентрации

гидрозолей оксида цинка 40

* + 1. Определение величины pH и удельной электропроводности 40
		2. Определение электрофоретической проводимости и расчет

дзета(£,)-потенциала гидрозолей 41

* + 1. Определение оптической плотности, агрегативной устойчивости и получение спектров поглощения гидрозолей 41
		2. Методика определения размера и формы частиц 42
		3. Получение ксерогелей. Определение химического состава

ксерогелей. Термический анализ ксерогелей 44

* + 1. Приготовление эмульсионной композиции типа «вода-

масло» 45

* + 1. Реологические исследования гидрозолей. Измерение

реологических свойств косметической композиции 45

* + 1. Определение стабильности косметической композиции 46
1. Синтез и коллоидно-химические свойства гидрозолей оксида

цинка 47

* 1. [Разработка методики синтеза золя ZnO из нитрата цинка 47](#bookmark17)
		1. Выбор мольного соотношения [OH']/[Zn2+] 47
		2. Выбор исходной концентрации нитрата цинка 49
		3. Определение оптимального объема промывных вод при

очистке осадка гидроксида цинка 53

1. Определение объема воды для диспергирования осадка

гидроксида цинка 55

1. Выбор температуры пептизации 57
2. Выбор величины pH раствора пептизирующего агента 59

3.1.7 Выбор концентрации пептизирующего агента (мольное

соотношение [ZnO]/[Zn2+]) 62

3.1.8. Влияние времени термообработки на агрегативную

устойчивость золей оксида цинка 64

* 1. Разработка методики синтеза золя оксида цинка из ацетата

цинка 66

3.2.1 Выбор мольного соотношения [OHT]/[Zn2+] 68

1. Выбор исходной концентрации раствора ацетата цинка 70
2. Определение оптимального объема промывных вод 72
3. Выбор пептизирующего агента и его pH 73
	1. Получение гидрозолей оксида цинка из грубодисперсных

порошков оксида цинка и обедненного оксида цинка 76

* 1. Фазовый состав и размер частиц гидрозолей оксида цинка... 78
1. [Агрегативная устойчивость гидрозолей оксида цинка 86](#bookmark19)
	1. Интервал pH агрегативной устойчивости гидрозолей оксида

[цинка 86](#bookmark20)

* 1. Устойчивость золей оксида цинка в присутствии

электролитов 88

* 1. [Электроповерхностные свойства гидрозолей оксида цинка... 94](#bookmark23)
1. Расчет потенциальных кривых взаимодействия частиц в

гидрозолях 102

1. Реологические свойства косметической композиции на

основе оксида цинка 111

1. [Выводы 120](#bookmark24)
2. [Список литературы 121](#bookmark25)

**7. ВЫВОДЫ**

* Разработаны методы синтеза гидрозолей оксида цинка гидролизом органических и неорганических солей, а также из грубодисперсных порошков оксида цинка. Установлено, что наиболее концентрированные (0,5-1,0% масс) и агрегативно устойчивые золи могут быть получены из нитрата цинка.
* Определены фазовый состав, размер и форма частиц всех синтезированных золей. Показано, что независимо от способа синтеза частицы всех золей представляют собой оксид цинка с гексагональной структурой типа вюрцит, пространственная группа *Рб/тс* без каких - либо посторонних примесей. Форма частиц меняется от клиновидной до веретеноподобной.
* Определены области агрегативной устойчивости золей и показано, что все исследуемые золи устойчивы в практически нейтральной среде (pH дисперсионной среды = *1,2-1,А).* Электрофоретическими исследованиями установлено, что частицы золей заряжены положительно, а величина *С,-* потенциала не превышает 50 мВ. Обнаружено, что в присутствии нитрата и сульфата натрия золи коагулируют, пороги коагуляции для NO3 ~ и SO42' составляют 0,03 моль/л и 0,1 ммоль/л, соответственно.
* На основании данных о коллоидно-химических свойствах гидрозолей установлено, что в отсутствие электролитов агрегативная устойчивость в первом энергетическом минимуме обеспечивается, в основном, электростатическим фактором устойчивости. Данное предположение подтверждено расчетом кривых парного взаимодействия на основании обобщенной теории ДЛФО.
* На основании синтезированных золей получена базовая косметическая прямая эмульсия, стабилизированная смесью анионного и неионного ПАВ. Установлено, что при соотношении указанных ПАВ 5:1 в системе наблюдается явление синергизма, а в избытке анионного ПАВ происходит перезарядка поверхности частиц золя.