**Михеев, Иван Владимирович.**

## Анализ водных дисперсий немодифицированных фуллеренов : диссертация ... кандидата химических наук : 02.00.02 / Михеев Иван Владимирович; [Место защиты: Моск. гос. ун-т им. М.В. Ломоносова]. - Москва, 2018. - 211 с. : ил.

## Оглавление диссертациикандидат наук Михеев, Иван Владимирович

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ

ГЛАВА 1. ВОДНЫЕ ДИСПЕРСИИ НЕМОДИФИЦИРОВАННЫХ ФУЛЛЕРЕНОВ: МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ И СВОЙСТВА (ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ)

1.1. Основные тенденции исследования водных дисперсий немодифицированных фуллеренов

1.2. Способы получения ВДФ

1.2.1. Гидрофилизация с помощью направленного химического модифицирования

1.2.2. Диспергирование с использованием органических растворителей

Получение водной дисперсии фуллерена по способу замены органического

растворителя из толуола

1.2.4. Диспергирование без использования органических растворителей

1.2.5. Другие способы получения ВДФ

1.2.(1. Сравнение способов получения ВДФ: достоинства и недостатки

1.2.7. Получение водных дисперсий эндоэдральных фуллеренов

1.3. Физико-химические свойства ВДФ

1.3.1. Коллоидные свойства

1.3.2. Распределение частиц по размерам

1.3.3. Электрокинетический потенциал

1.4. Оптические свойства ВДФ

1.4.1. Оптические свойства тонких пленок

1.4.2. Оптические свойства ВДФ

1.4.3. Молярные коэффициенты поглощения для коллоидных систем

1.4.4. ИК-спектры индивидуальных фуллеренов

1.4.5. Спектры комбинационного рассеяния фуллеренов

1.5. Природа стабильности фуллеренов в ВДФ

1.5.1. Эпокси-производные фуллерена

1.5.2. Гидрокси-производные фуллерена

1.5.3. Органические растворители и их производные

1.5.4. Основные закономерности

Заключение к главе 1

ГЛАВА 2. ВОДНЫЕ ДИСПЕРСИИ НЕМОДИФИЦИРОВАННЫХ ФУЛЛЕРЕНОВ:

МЕТОДЫ АНАЛИЗА И ИССЛЕДОВАНИЯ (ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ)

2.1. Методы молекулярной спектроскопии

2.1.1. Молекулярная абсорбционная спектроскопия (спектрофотометрия)

2.1.2. Флуоресцентная спектроскопия

2.1.3. ИК- и КР-спектроскопия

2.1.4. Фотонная корреляционная спектроскопия (метод ДСР)

2.2. Хроматография

2.2.1. Содержание остаточного органического растворителя или компонентов

солюбилизаторов

2,22. Хромато-масс-спектрометрия

2.3. Методы разделения и концентрирования фуллеренов

2.2.1. Жидкость-жидкостная экстракция и сорбционное концентрирование

2.2.2. Влияние солевого эффекта на степень извлечения фуллеренов из их растворов

2.4. Другие экспериментальные методы исследования ВДФ

2.4.1. Дифрактометрия

2,! .2. Дифференциальная сканирующая калориметрия

2.4.2. Малоугловое рассеяние нейтронов

2.4.4. Электронная микроскопия

2.4.5. Спектроскопия ядерного магнитного резонанса ядер 1H и 13C

2.5. Расчетно-экспериментальные методы исследования ВДФ

2.5.1. Агрегативная устойчивость и коагуляция ВДФ (уравнения теории ДЛФО)

Распределение наночастиц фуллеренов между водой и липидной мембраной на

подложке

Заключение к главе 2

Постановка задачи работы

ГЛАВА 3. ОБЩИЕ МАТЕРИАЛЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

3.1. Объекты исследования

VII. Реагенты и растворители

3.2. Оборудование

2.2.1. Спектральное оборудование

2.2.2. Хроматографическое оборудование

2.2.2. Другое физико-химическое оборудование

2.2.4. Дополнительное оборудование

3.3. Посуда и расходные материалы

3.4. Обработка результатов измерений

2.4.1. Общие сведения

2.4.2. Спектрофотометрия

2.4.2. Дифференциальная сканирующая калориметрия

2.4.4. Просвечивающая электронная микроскопия

2.4.5. Основные характеристики процесса экстракции

3.4 А Вывод формулы корреляции между степенью извлечения и коэффициентом распределения

3.4.7. Термолинзовые измерения

3.4.8. Измерение времен релаксации

3.5. Методики эксперимента

3.5.1. Получение ВДФ по методике замены органического растворителя

3.5.2. Получение ВДФ по методике прямого диспергирования

3.5.3. Определение фуллеренов в водных дисперсиях

3.5.4. Изучение экстракционных характеристик ВДФ

3.5.5. Методики характеризации водных дисперсий и твердых материалов на их основе

3.5 Л Способы очистки ВДФ от примесей

3.5.7. Элементный состав ВДФ и твердых экстрактов ЭМФ

ГЛАВА 4. ПОЛУЧЕНИЕ ВОДНЫХ ДИСПЕРСИЙ ФУЛЛЕРЕНОВ

4.1. Методика замены органического растворителя при помощи ультразвуковой обработки

4.1.1. Выбор условий ультразвуковой обработки (электрическая мощность ультразвуковой ванны и геометрия сосуда)

4.1.2. Оптимизация соотношения объемов водной и органической фаз

4.1.3. Обобщенные результаты для ВДФ

4.1.4. Обобщенные результаты для водных дисперсий эндофуллеренов

4.2. Методика прямого диспергирования

4.2.1. Элементный анализ водных дисперсий прямого диспергирования

Обобщение результатов для ВДФ и эндофуллеренов прямого диспергирования

4.3. Методика солюбилизации

4.3.1. Методика. Получение водной дисперсии фуллеренов Сбо и C70

Заключение к главе 4

ГЛАВА 5. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФУЛЛЕРЕНОВ В ВОДНЫХ ДИСПЕРСИЯХ

5.1. Спектральные характеристики поглощения ВДФ

5.1.1. Общий вид спектров поглощения фуллеренов в ВДФ

5.1.2. Параметры полосы поглощения ВДФ

5.1.3. Метрологические характеристики определения фуллеренов в водных дисперсиях при помощи спектрофотометрии

5.1.4. Спектрофотометрическое определение фуллеренов в водных дисперсиях и их модельных смесях с использованием решения системы уравнений Фирордта

5.1.5. Анализ двухкомпонентной смеси фуллеренов Сб0 и С70 в толуоле

1 А Анализ двухкомпонентной смеси фуллеренов Сбо и С70 в водной дисперсии

5.2. Определение общего органического углерода

5.3. ИСП-АЭС определение состава ВДФ

5.3.1. Элементный состав ВДФ

5.3.2. Твердые порошки эндоэдральных фуллеренов

5.4. Проект стандартных образцов ВДФ Сбо, С70, Y@Cs2

5.4.1. Получение ВДФ

5.4.2. Определение компонентов ВДФ

5.4.2. Определение основных компонентов в ВДФ

5.4.4. Определение примесных компонентов в ВДФ

5.4.5. Размер частиц в ВДФ. Седиментационная устойчивость

5.5. Термолинзовая спектрометрия

5.5.1. Определение Сб0 и С70 в толуольных растворах при помощи термолинзовой

спектрометрии

5.5.1. Определение Сб0 и С70 в водных дисперсиях при помощи термолинзовой спектрометрии

Заключение к главе 5

ГЛАВА 6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНОГО СОДЕРЖАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ КОМПОНЕНТОВ В ВОДНЫХ ДИСПЕРСИЯХ ФУЛЛЕРЕНОВ

6.1. Анализ летучих органических соединений в водных дисперсиях с помощью статического парофазного анализа в сочетании с газовой хромато-масс-спектрометрией

6.2. Флуоресцентная спектроскопия водных дисперсий Сбо

6.3. Способы очистки ВДФ

6.3.1. Очистка ВДФ сорбционным методом

6.3.2. Очистка ВДФ с помощью продувки инертным газом

6.4. Определение продуктов трансформации органических растворителей в ВДФ с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии

6.5. Сравнение двух типов ВДФ при помощи термолинзовой спектрометрии

6.5.1. Регистрация времяразрешенных сигналов в ВДФ

Заключение к главе 6

ГЛАВА 7. РЕЭКСТРАКЦИЯ ФУЛЛЕРЕНОВ ИЗ ВОДНЫХ ДИСПЕРСИЙ В

ОРГАНИЧЕСКИЙ РАСТВОРИТЕЛЬ

7.1. Характеристические параметры реэкстракции фуллеренов

7.1.1. Зависимость степени извлечения фуллеренов при ультразвуковой экстракции от

мощности ультразвукового оборудования

Характеристики временной зависимости степени извлечения фуллеренов при ультразвуковой экстракции

Зависимость степени извлечения фуллеренов из водных дисперсий от концентрации

7.2. Квазиравновесное распределение и механизм переноса фуллеренов между водной и

органической фазами

7.2.1. Положения квазиравновесной модели. Обобщение

Заключение к главе 7

ГЛАВА 8. ХАРАКТЕРИСТИКИ ВОДНЫХ ДИСПЕРСИЙ ФУЛЛЕРЕНОВ КАК ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ

8.1. Структура и свойства кластеров фуллеренов в ВДФ

N. I. I. Фотонно-корреляционная спектроскопия (динамическое рассеяние света) и

индекс полидисперсности

N. 1.2. Изучение агрегации кластеров при помощи спектрофотометрии

^.1.3. Просвечивающая электронная микроскопия водных дисперсий С60 и С70

8.2. Получение мезопористого материала фуллерена С70

N.2.I. Доказательство образования вторичной структуры при помощи дифференциальной сканирующей калориметрии

8.3. Стабилизация фуллеренов в водных дисперсиях

Использование МАЛДИ масс-спектрометрии состава для выяснения

качественного водных дисперсий фуллерена С60

N.3.2. Побочные эффекты в МАЛДИ эксперименте

N.3.3. Использование ИК-НПВО для уточнения качественного состава водных

дисперсий фуллерена С60

N.3.4. Предположение о строении кластеров фуллеренов в ВДФ, полученных по методике замены растворителя из толуола

8.4. Формы существования эндоэдральных фуллеренов в водных дисперсиях

N.4.1. Подтверждение состава дисперсий с помощью МАЛДИ-МС

N.4.2. Центрифугирование с последующим ИСП-АЭС определением эндоатомов

Заключение к главе 8

ГЛАВА 9. РЕЛАКСАЦИОННЫЕ ПАРАМЕТРЫ ВОДНЫХ ДИСПЕРСИЙ ЭНДОФУЛЛЕРЕНОВ ГАДОЛИНИЯ(Ш)

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

СПИСОК ТЕРМИНОВ

ВЫВОДЫ

БЛАГОДАРНОСТИ

188

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

Приложение 1. Копия патента на изобретение