

# Характеристика целлюлозных нановолокон с использованием изотермы адсорбции N2 и H2O

## Аннотация

Целлюлозные нановолокна — это наноразмерные волокна, которые в пять раз легче и в семь-восемь раз прочнее стали. В частности, TEMPO целлюлозные нановолокна (TOWN) уделяет большое внимание своим нитям, которые вряд ли будут запутываться, в отличие от волокон, полученных путем механического разделения на волокна. Однако характеристики TOWN еще не полностью установлены. Мы охарактеризовали TOWN (удельную площадь поверхности, площадь внешней поверхности, диаметр первичного волокна и гидрофильность/гидрофобность), используя изотермы адсорбции N2 (77 K) и H2O (298 K) образцов TOCN. Образцы были получены путем добавления 10 ммоль NaClO и определенного процентного содержания (10%, 20% и 40%) по массе TBA (трет-бутиловый спирт) к водному раствору TOCN и обезвоживания раствора замораживанием.

## Приборы для измерения

### Высокоточная система измерения изотермы адсорбции газа/пара BELSORP MAX II

[Принцип измерения]  
Волюметрическая адсорбция газа + AFSM  
[Диапазоны измерения]  
Удельная площадь поверхности:  $\geq 0.0005 \text{ м}^2/\text{г}$   
Распределение пор по размерам (диаметр):  
0.35 to 500 нм



### Система измерения удельной площади поверхности/распределения пор по размерам BELSORP MINI X

[Принцип измерения]  
Волюметрическая адсорбция газа + AFSM  
[Диапазоны измерения]  
Удельная площадь поверхности:  $\geq 0.01 \text{ м}^2/\text{г}$   
Распределение пор по размерам (диаметр):  
0.7 to 500 нм



### Система измерения истинной плотности BELPYCNO

[Принцип измерения]  
Не вытеснения газом  
[Объем ячейки образца]  
10, 3.5, и 1.0 см<sup>3</sup>



## Результаты

Образец: TEMPO целлюлозное нановолокно

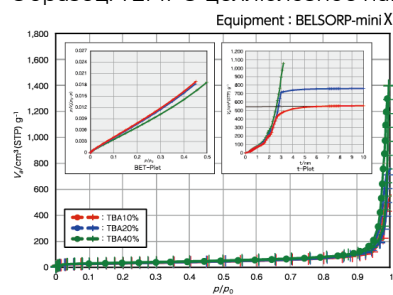


Fig. 1: N<sub>2</sub> (77 K) Adsorption isotherms of TOCN (left, BET plots used to calculate specific surface areas; right, t-plots used to calculate external surface areas, from standard t-curves of FHH)

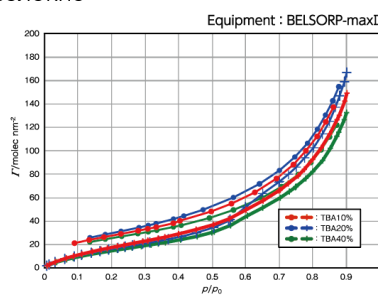


Fig. 2: H<sub>2</sub>O (298 K) Adsorption isotherms of TOCN (vertical axis: the number of H<sub>2</sub>O molecules per specific surface area)

Sample name	Parameter	TOCN		
		10%	20%	40%
True density	g/cm <sup>3</sup>	2.0284	2.1592	1.9734

Table 1: True density measurements of TOCN

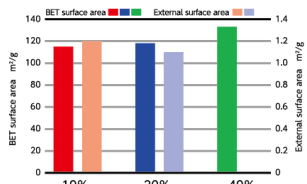


Fig. 3: Comparison of BET surface areas and external surface areas of TOCN

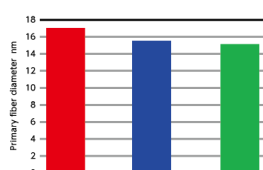


Fig. 4: Evaluation of primary fiber diameters of TOCN

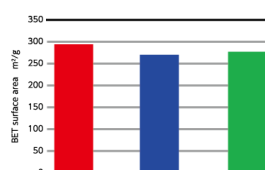


Fig. 5: Comparison of H<sub>2</sub>O-based BET surface areas

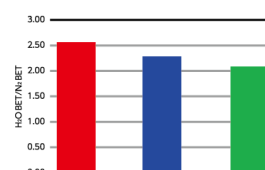


Fig. 6: Evaluation of hydrophilicity/hydrophobicity

## Обсуждение

Лиофилизированные образцы TOCN предварительно обрабатывали при 90°C в течение 7 часов и при 105°C в течение 20 часов в вакууме, и измеряли изотермы адсорбции. Изотермы адсорбции N<sub>2</sub> (77 К) на рис. 1 были типа II и с точки зрения формы, это указывает на непористость. Эти изотермы адсорбции были использованы для определения удельных площадей поверхности и площадей внешней поверхности образцов TOCN из графиков BET (слева на рис. 1) и t-графики (справа на рис. 1), соответственно, как показано на рис. 3. Удельная площадь поверхности увеличивалась с увеличением содержания TBA (третбутиловый спирт). Площадь внешней поверхности увеличивалась с уменьшением удельной площади поверхности. Предположительно, это связано с тем, что, когда содержание TBA в водном растворе TOCN падало ниже определенного предела, волокна агрегировались без проникновения TBA в промежутки между ними и были высушены в этом состоянии. Диаметры первичных волокон определяли по объемам скелетной структуры TOCN, рассчитанным на основе удельной площади поверхности и обратных значений отдельно измеренных истинных плотностей (таблица 1). Диаметр первичного волокна увеличивался с уменьшением содержания TBA (рис. 4), поддерживая возникновение агрегации.

На рис. 5, показана удельная площадь поверхности, определенная по изотерме адсорбции водяного пара (298 К), она была практически постоянной, по-видимому, потому, что молекулы воды меньше и, следовательно, с большей вероятностью, чем молекулы N<sub>2</sub>, адсорбируются, проникая в промежутки между агрегатами. Графики изотерм адсорбции водяного пара, основанные на количестве молекул воды на удельную площадь поверхности BET (рис. 2), показывают, что 10%-ный образец TBA имел наиболее гидрофильные поверхности при P/P<sub>0</sub> примерно до 0,5 (относительная влажность 50%), а соотношения на водной основе и на основе N<sub>2</sub> удельная площадь поверхности (рис. 6) указывает на то, что образец 10% TBA был наиболее гидрофильным. Изотермы адсорбции/десорбции H<sub>2</sub>O и гистерезис, свидетельствует об изменении наклона изотерм адсорбции водяного пара при P/P<sub>0</sub>, равном 0,5. Они предполагают наличие области, которая выполняет расширение волокон. Таким образом, точное измерение изотерм адсорбции N<sub>2</sub> и H<sub>2</sub>O позволяет охарактеризовать образцы TOCN.

Образец предоставлен профессором Акирой Исогаи,  
Высшая школа сельского хозяйства и естественных наук Токийского университета

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

[www.microtrac.com](http://www.microtrac.com)