KOLLOIDOK A MÁGNESBEN.
RITKA NMR-TECHNIKÁK EREDMÉNYEI PORÓZUS RENDSZEREK VIZSGÁLATÁBAN

DE, TTK,

Kolloid- és Környezetkémiai Tanszék

Debreceni Kémiai K+F Műhely
GINOP-2.3.2-15-2016-00008

SZÉCHENYI 2020

MAGYARORSZÁG KORMÁNYA

Európai Unió
Európai Regionális Fejlesztési Alap

BEFEKTETÉS A JÖVŐBE

HOGYAN KERÜLNEK A KOLLOIDOK A MÁGNESBE

- Mi kerülhet a mágnesbe
  - stabilis rendszer?
  - homogén rendszer?
  - folyadék?
  - átlátszó?
- Miért tesszük bele?
  - NMR spektrumot nyerjünk
  - Méretet határozzunk meg
  - Pozíciót határozzunk meg
  - Pórusméret-eloszlást határozzunk meg

ASSZOCIÁCIÓS KOLLOIDOK: MÉRET, SZERKEZET
NEUTRON-SZÓRÁS NMR DIFFUZIOMETRIA

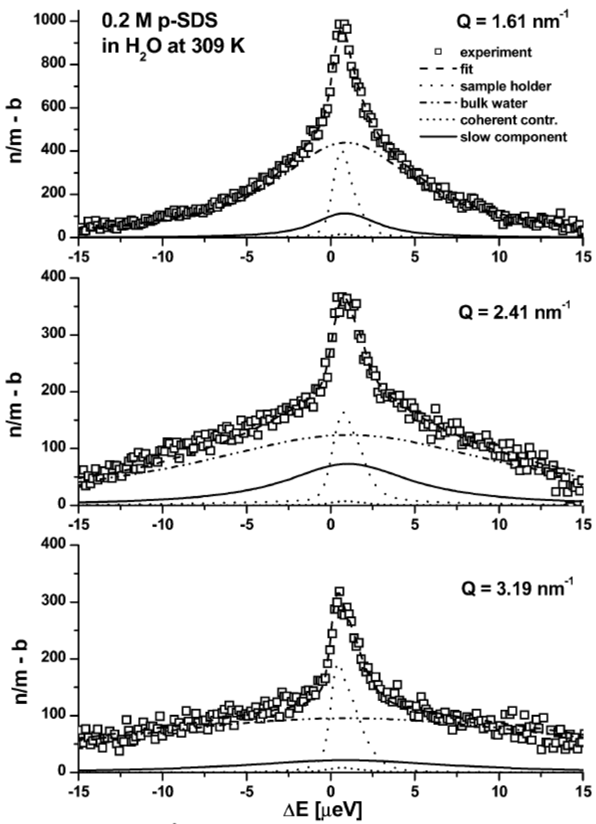


Figure 1. Background-corrected backscattering intensities from a 0.2

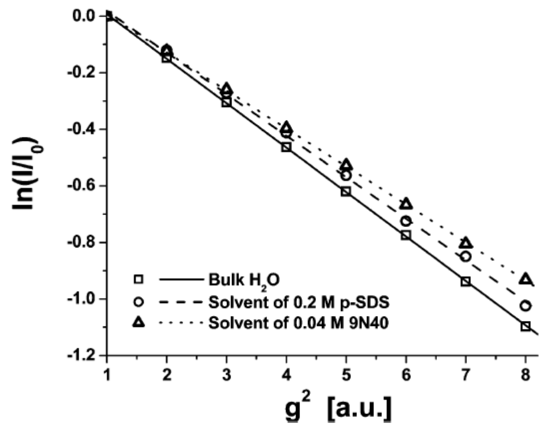
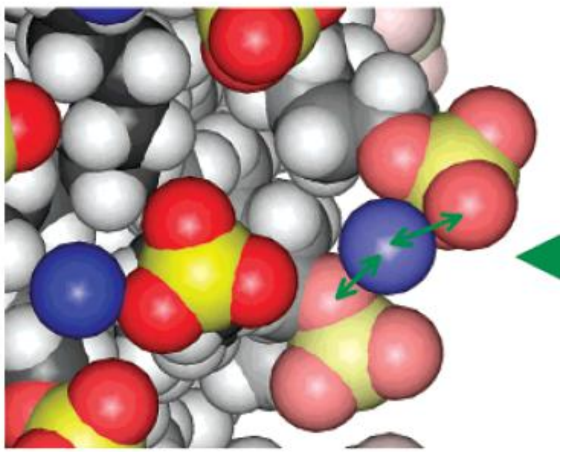


Figure 2. Logarithm of I/I_0 as a function of g^2, the squared gradient field strength, for water molecules in the bulk and in the solvent phase of 0.2 M SDS and 0.04 M 9N40 solutions.

TABLE 2: Slowing Down $S_{obsd} = 1 - \bar{D}_w/D^0_w$ of H_2O Molecules Observed by GCSTE NMR in Various Types of Micellar Solutions of Volume Fraction Φ and the Diffusion Coefficient D_m of Micelles Determined by Different Experimental Techniques at 309 K

			D_m (10^{-7} cm^2·s^{-1})			
system	S_{obsd}	Φ/2	QENS	NMR[a]	DLS	NSE
p-SDS/H_2O	0.062 ± 0.014	0.024[34]	9.61	8.79	14.1[21]	7.0[20]
DTAB/H_2O	0.076 ± 0.024	0.029[b]		10.67		
9N12/H_2O	0.034 ± 0.024	0.013[c]		7.68		
9N20/H_2O	0.086 ± 0.024	0.019[c]		6.08	8.55[d]	
9N30/H_2O	0.103 ± 0.024	0.027[c]		4.71	7.68[d]	
9N40/H_2O	0.141 ± 0.024	0.034[c]		2.46	7.25[d]	



11870

THE JOURNAL OF PHYSICAL CHEMISTRY B LETTERS

2005, *109,* 11870−11874

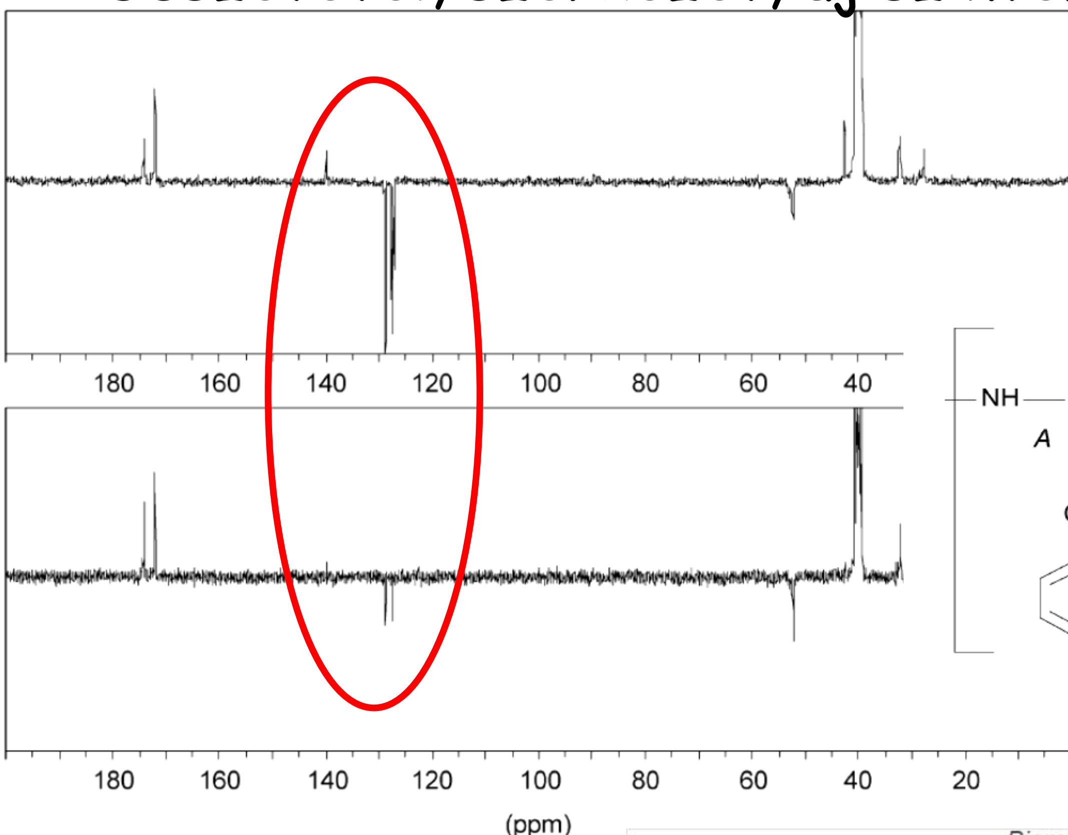
Published on Web 05/28/2005

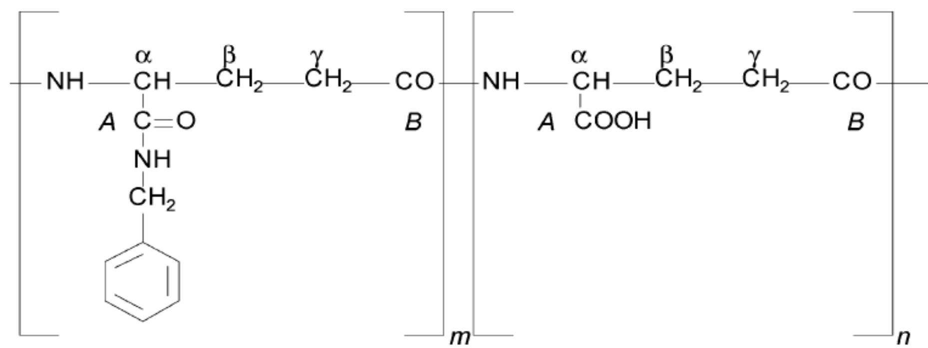
Slow Water Diffusion in Micellar Solutions

Szabolcs Vass,*,† Hans Grimm,‡ István Bányai,§ Gerhard Meier,‡ and Tíbor Gilányi‖

MAKROMOLEKULÁS KOLLOIDOK
NAGYFELBONTÁSÚ NMR

- Összetétel, szerkezet, új szintézis módszer





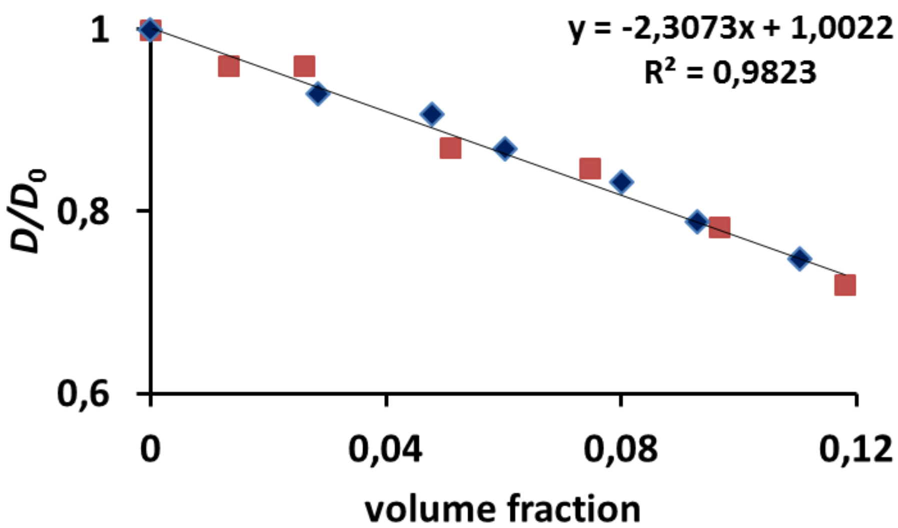
Karbodiimid nélkül, DMSO

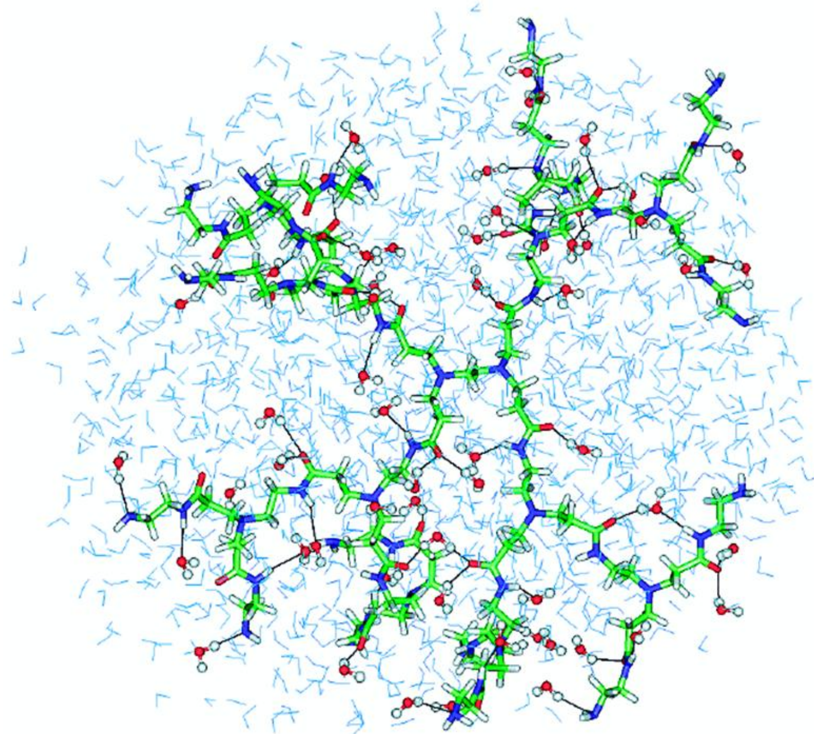
Biomacromolecules **2007**, *8*, 1624–1632

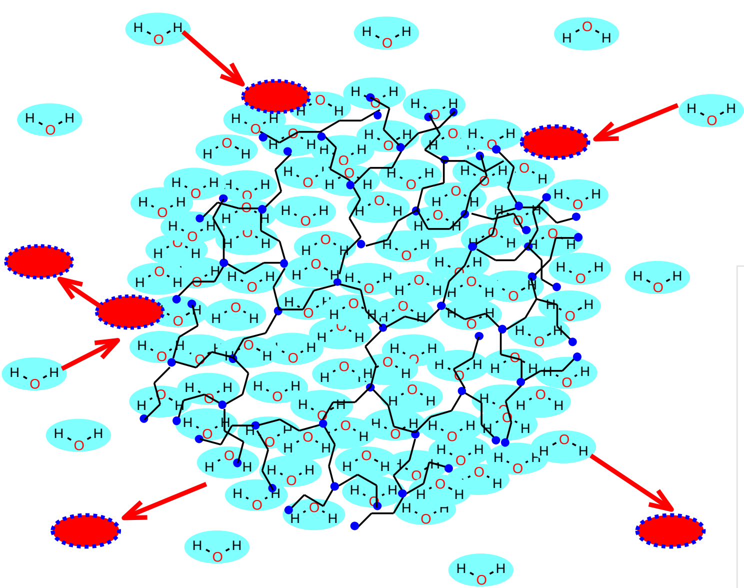
Direct Amidation of Poly(γ-glutamic acid) with Benzylamine In Dimethyl Sulfoxide

Levente Novák,* István Bányai, Judit Éva Fleischer-Radu, and János Borbély

MAKROMLEKULÁS KOLLOIDOK: MÉRET, HIDRATÁCIÓ
NMR-DIFFUZIOMETRIA







Soft Matter

RSCPublishing

PAPER

View Article Online
View Journal

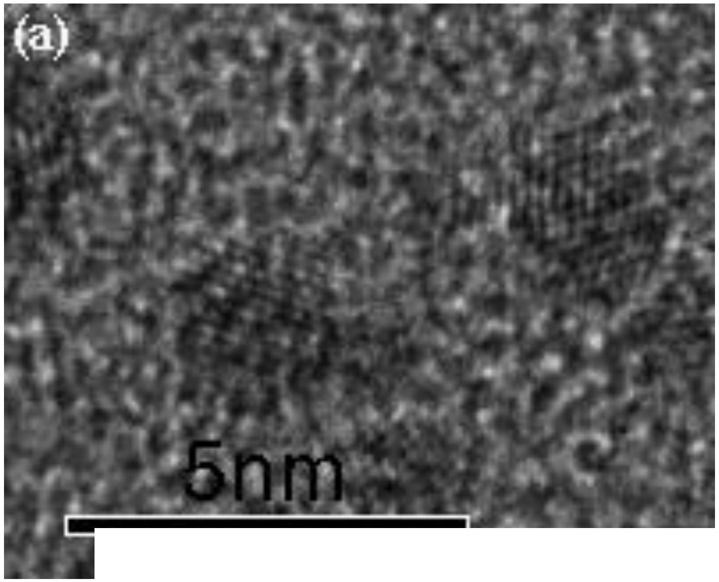
Cite this: DOI: 10.1039/c2sm26726h

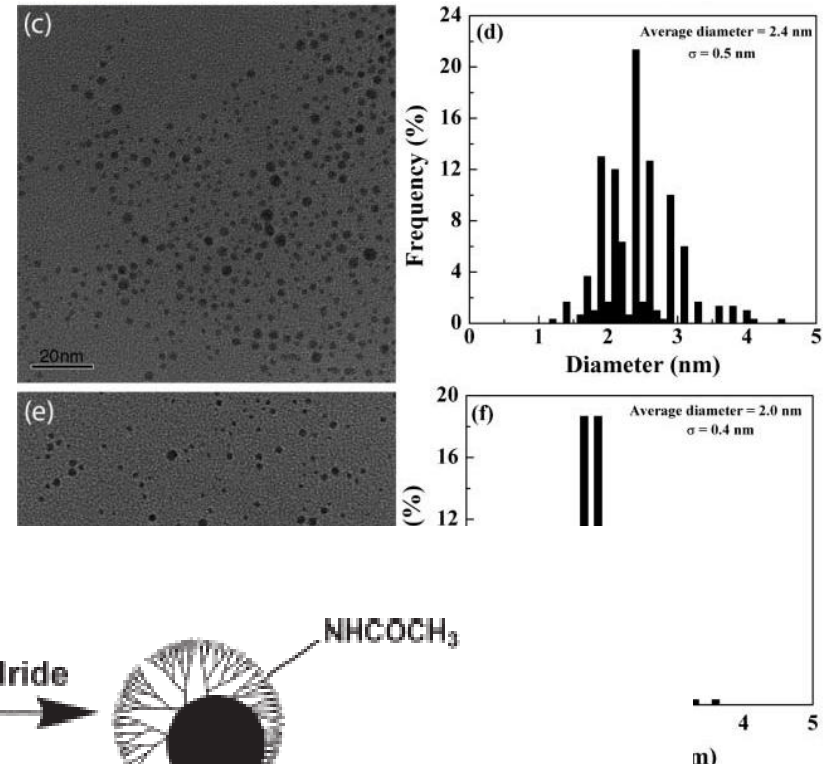
Self-diffusion of water and poly(amidoamine) dendrimers in dilute aqueous solutions†

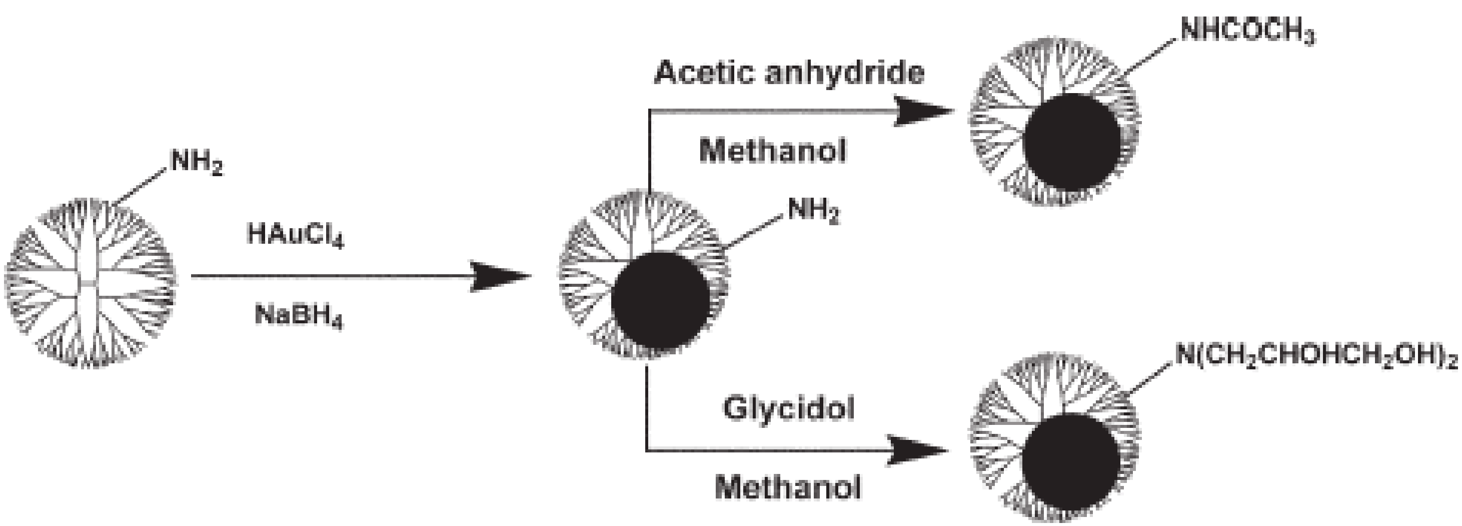
István Bányai,*[a] Mónika Kéri,[a] Zoltán Nagy,[a] Márta Berka[a] and Lajos P. Balogh[b]

STABILIZÁLT KOLLOID DISZPERZIÓK
NMR DIFFUZIOMETRIA ÉS HR-NMR

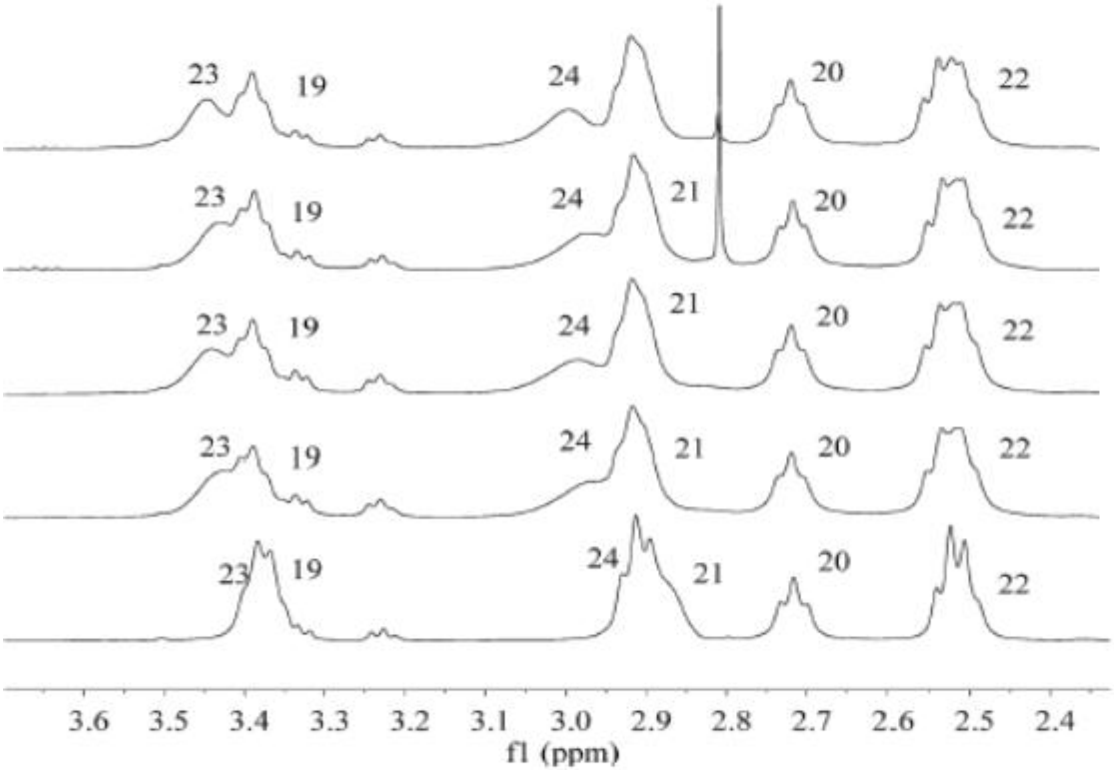
Shi et.al., *Soft Matter* **2007,**3, 71

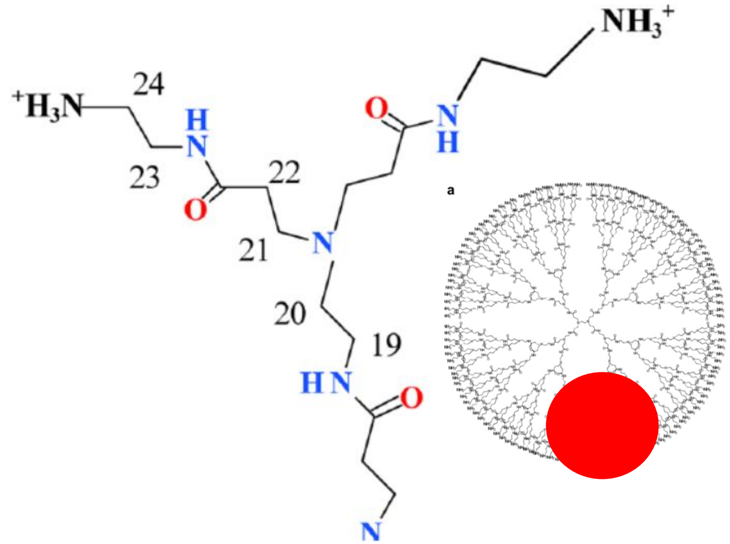


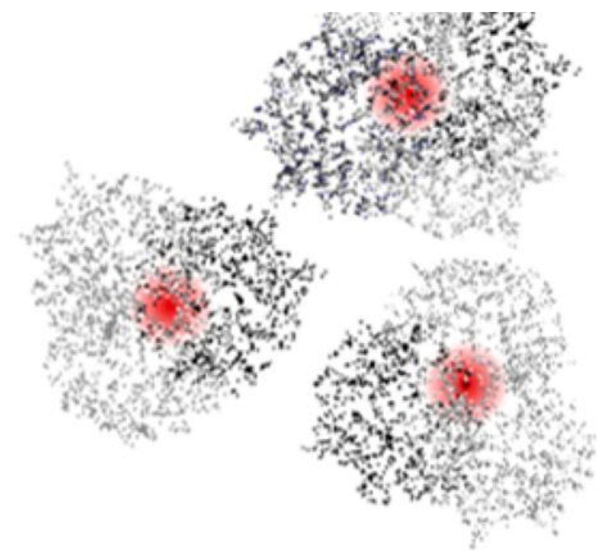




DISZPERZIÓS KOLLOIDOK: KAPSZULÁZÁS
NMR DIFFUZIOMETRIA, HR-NMR







GOLD

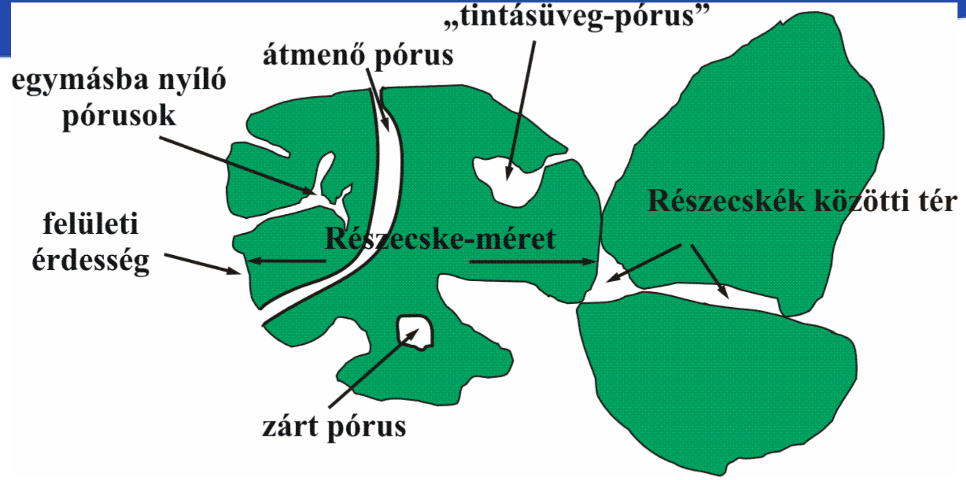
THE JOURNAL OF PHYSICAL CHEMISTRY B
Article
pubs.acs.org/JPC

NMR Characterization of PAMAM_G5.NH_2 Entrapped Atomic and Molecular Assemblies

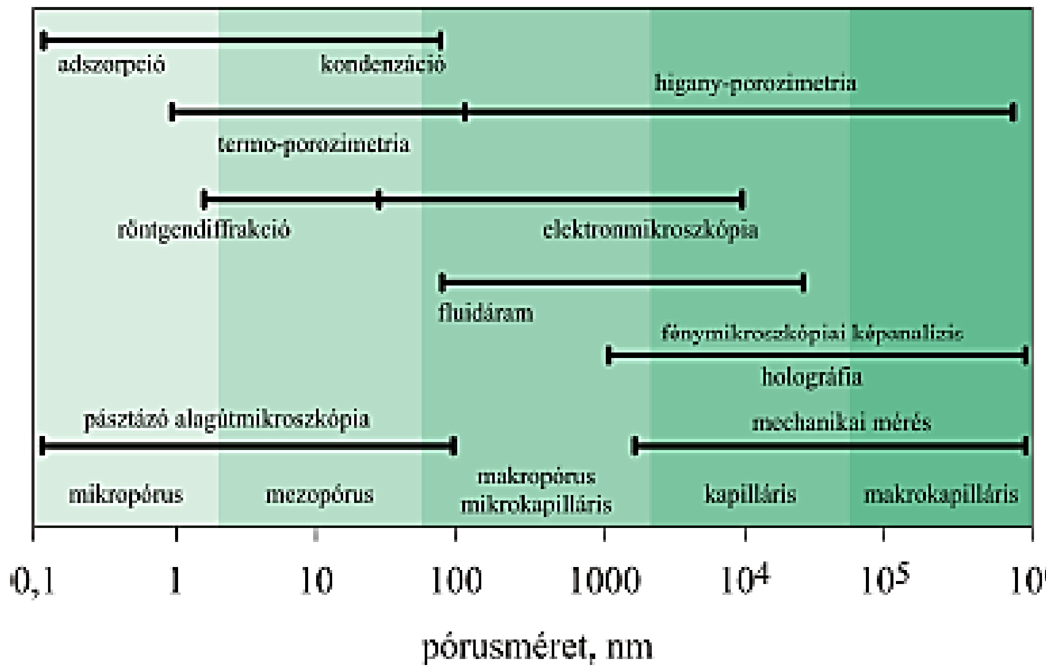
Mónika Kéri,[†] Chen Peng,[‡] Xiangyang Shi,[‡,§] and István Bányai[*,†]

PORÓZUS ANYAGOK JELLEMZÉSE

Makropórus > 50 nm
Mezopórus 2–50 nm
Mikropórus < 2 nm



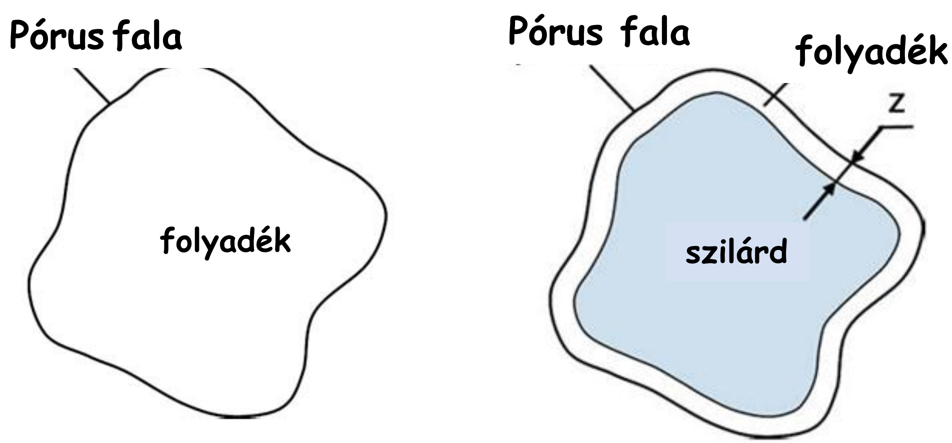
- *Gáz/gőz adszorpció (0,3 - 300 nm) (eloszlás)*
- *Hg-porozimetria (3 nm – 360 μm) (eloszlás)*
- ***Krio-porozimetria (5 - 200 nm) (eloszlás)***
- *Gátolt diffúzió (1 - 200 μm)*



László Krisztina: A felületek fizikai kémiája, 2011

KRIO-POROZIMETRIA ELVE:
GIBBS-THOMSON EGYENLET

k: közegre jellemző állandó
(V_m, γ_{SL}, ΔH, T^0)
r: pórus sugara
T_m: olvadáspont
T^0: tömbfázis olvadáspontja



F_m, F_f : Helmholtz-féle szabad energia
γ: felületi feszültség
V_m: moláris térfogat
A: felület
ΔH: olvadáshő

$$F_m = \frac{\mu_i V}{V_M} + \gamma_{lw} A \qquad F_f = \frac{\mu_s \cdot V_s}{V_{Ms}} + \frac{\mu_l \cdot (V - V_s)}{V_{Ml}} + \gamma_{sl} \cdot A_s + \gamma_{lw} A$$

Felületi energia!

$$\Delta F \equiv F_f - F_m = (\mu_s - \mu_l) \cdot \left(\frac{V_s}{V_l}\right) + \gamma_{sl} \cdot A_s \quad \text{ha } V_{Ms} = V_{Ml}$$

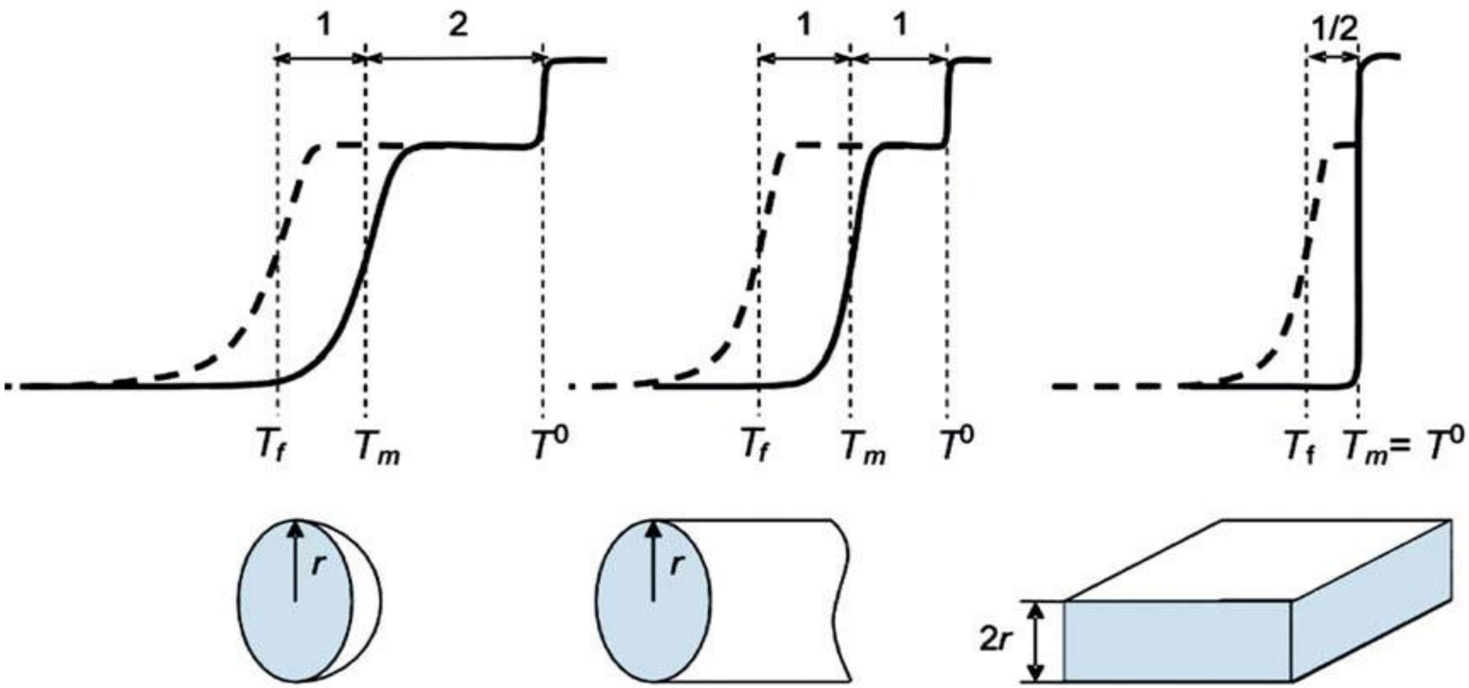
$$\boxed{T_{eq} - T_0} = -\frac{V_M \gamma_{sl} T_0}{\Delta H} \frac{A_s}{V_s} = \boxed{-K_c \frac{A_s}{V_s}}$$

Olvadáspont hőmérsékletén: $T_{eq} = T$

Oleg V. Petrov, Istvan Furó, Progress in Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy 54 (2009) 97-122

PÓRUSALAK ANALÍZIS: NMR KRIOPOROZIMETRIA:

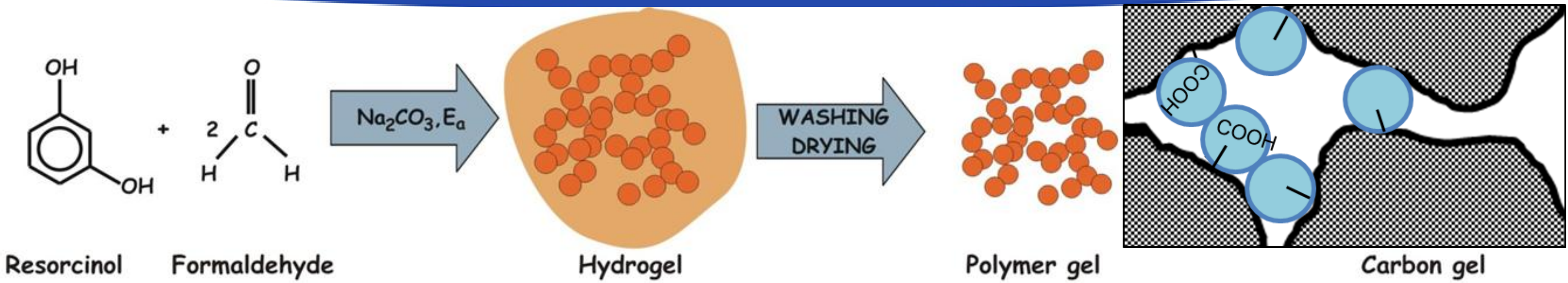
CSAK A VIZET LÁTJUK

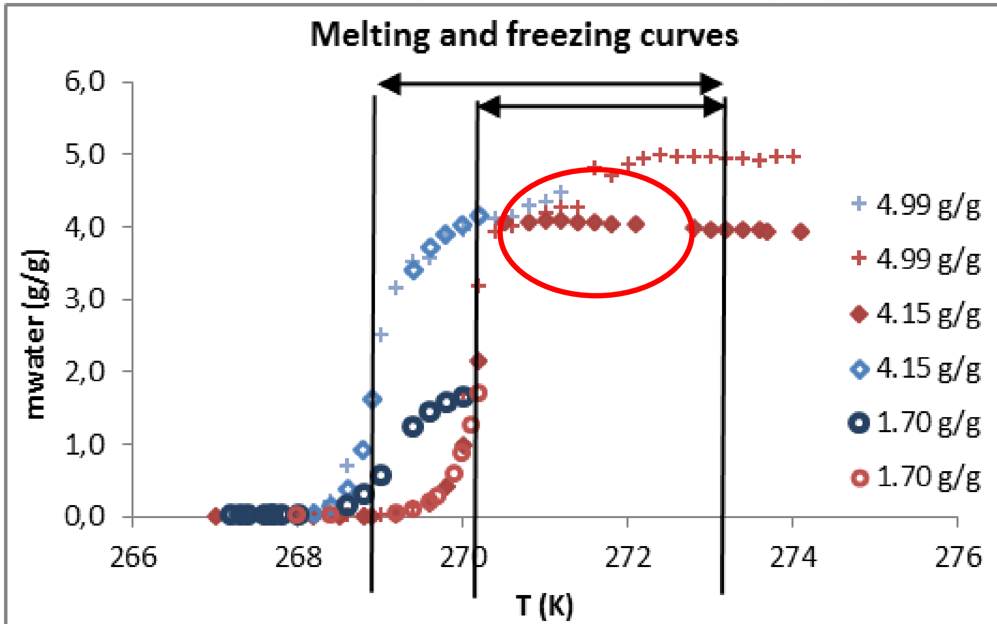


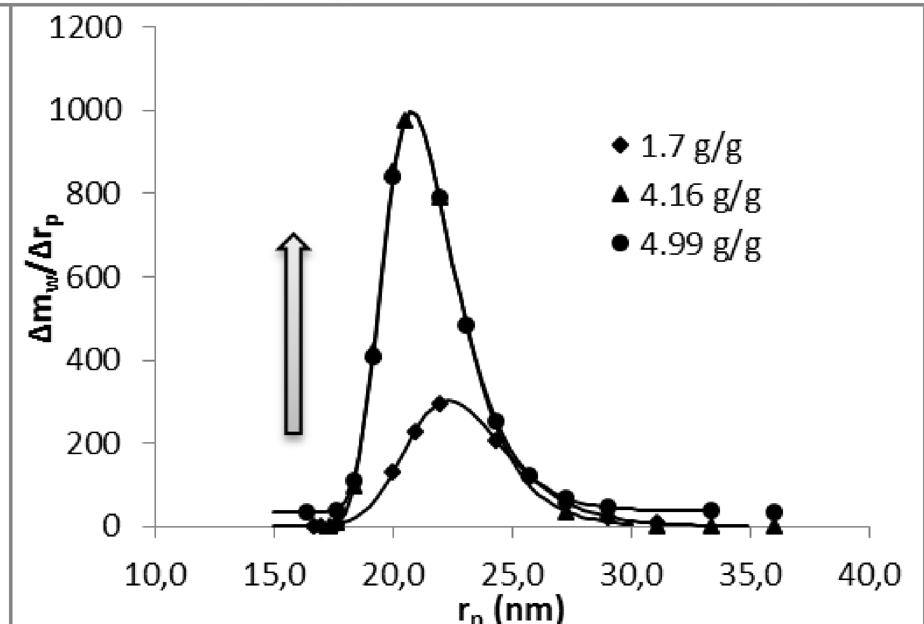
Pórusalak	$\lvert\Delta T_f\rvert$	$\lvert\Delta T_m\rvert$
Gömb	$3K_c/r$	$2K_c/r$
Henger	$2K_c/r$	K_c/r
Rés (réteg)	$K_c/2r$	0

Oleg V. Petrov, Istvan Furó, Progress in Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy 54 (2009) 97-122

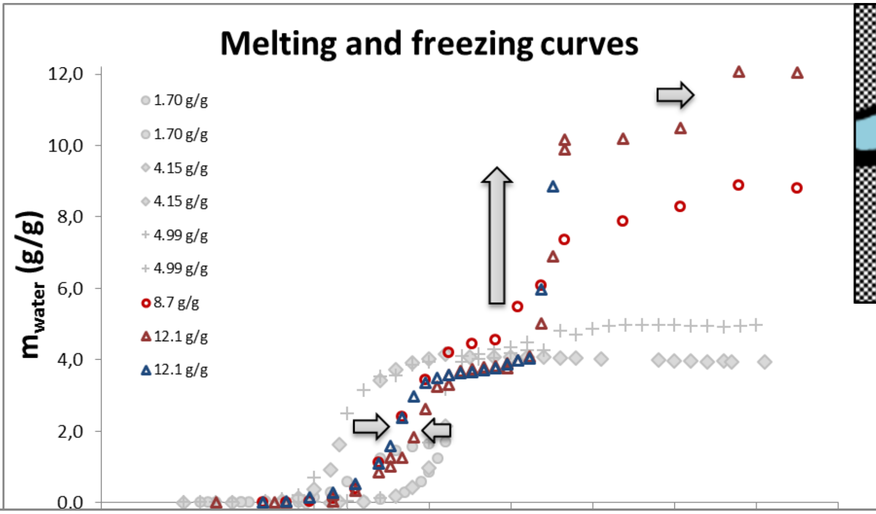
SZÉN AEROGÉLEK:
KRIO-POROZIMETRIA

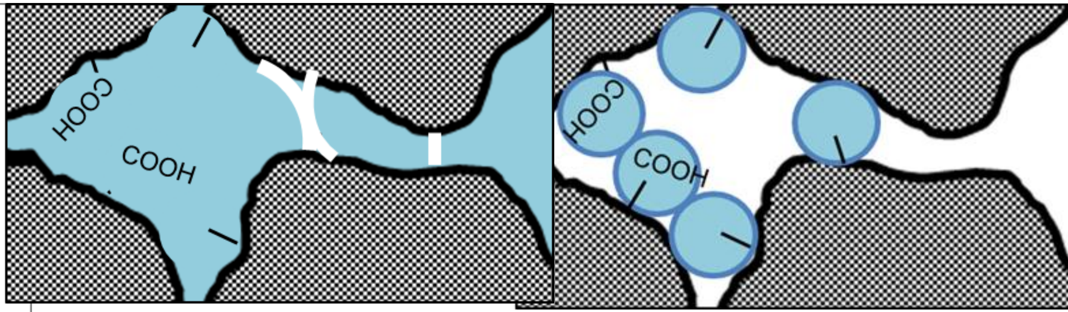


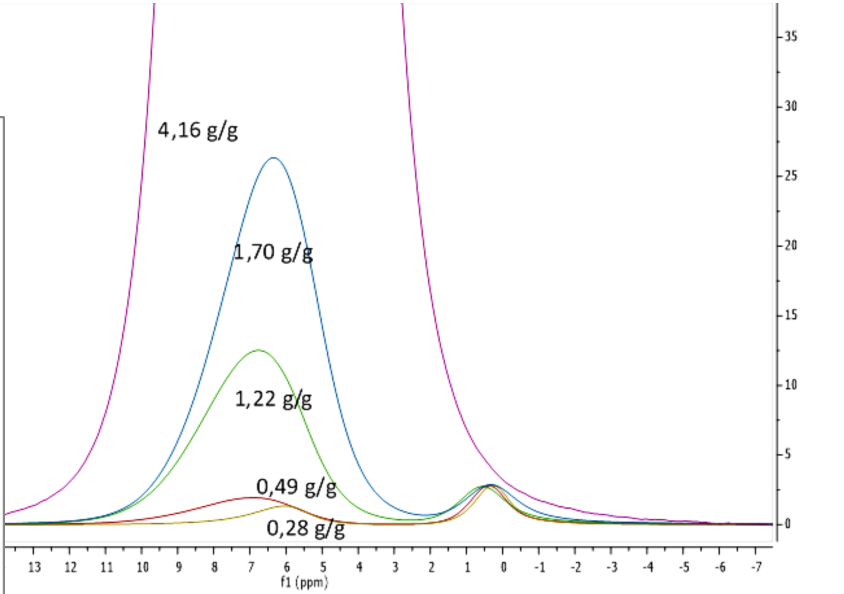


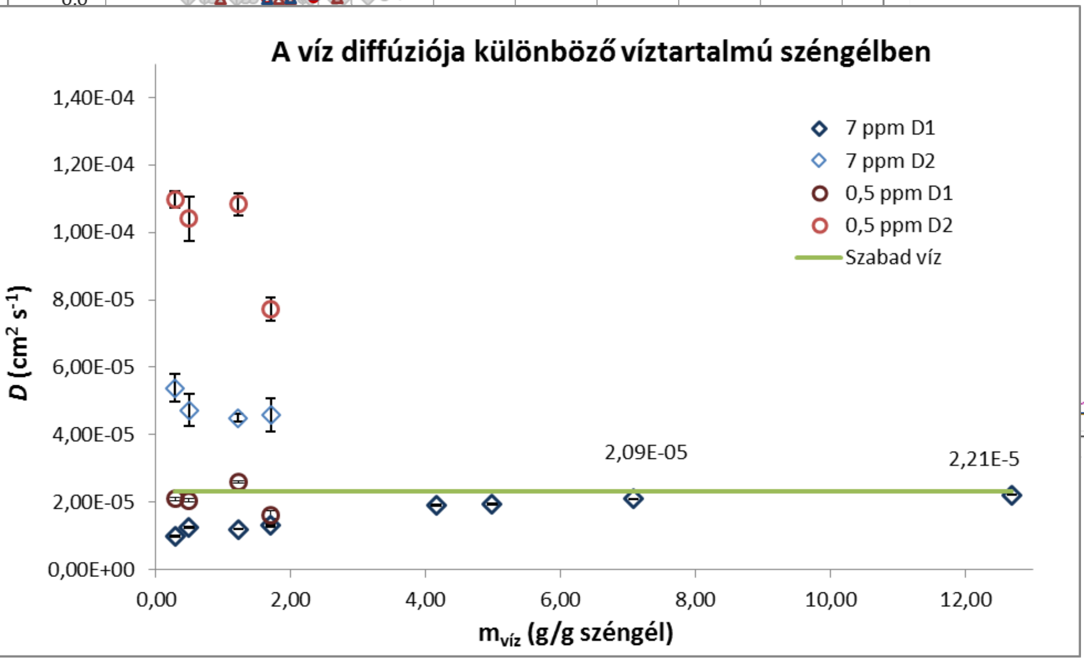


SZÉN AEROGÉL: PÓRUSMÉRET ELOSZLÁS

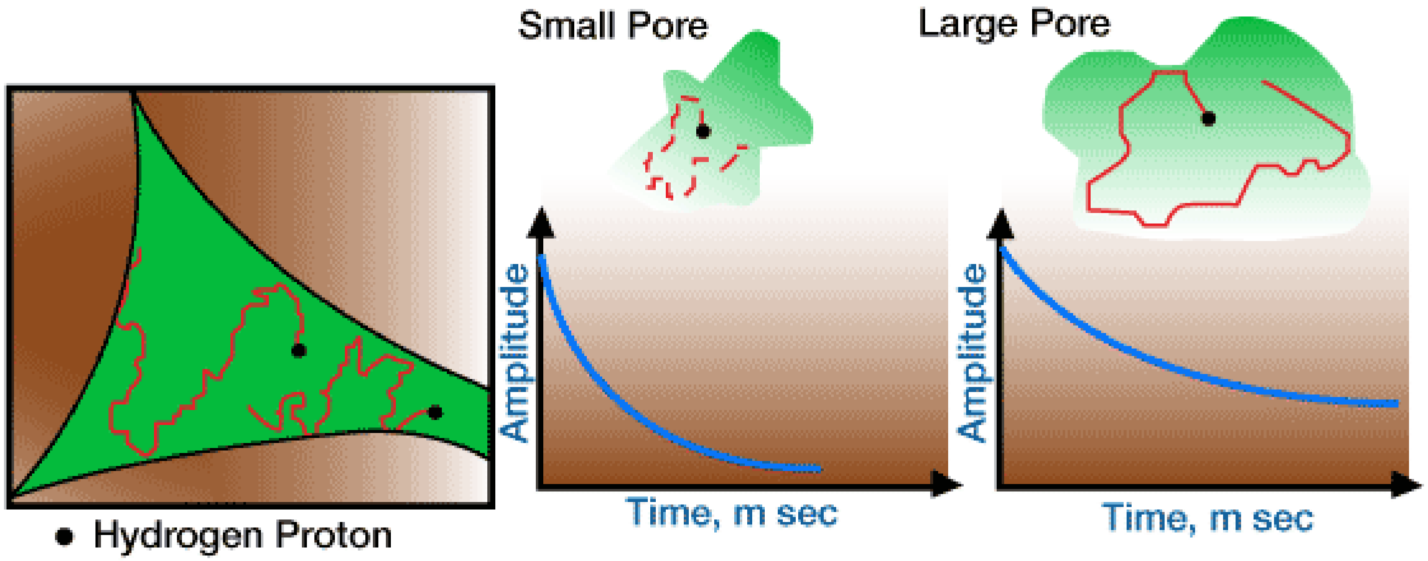








KI A KICSIT NEM BECSÜLI
RELAXOMETRIA 20 MHz

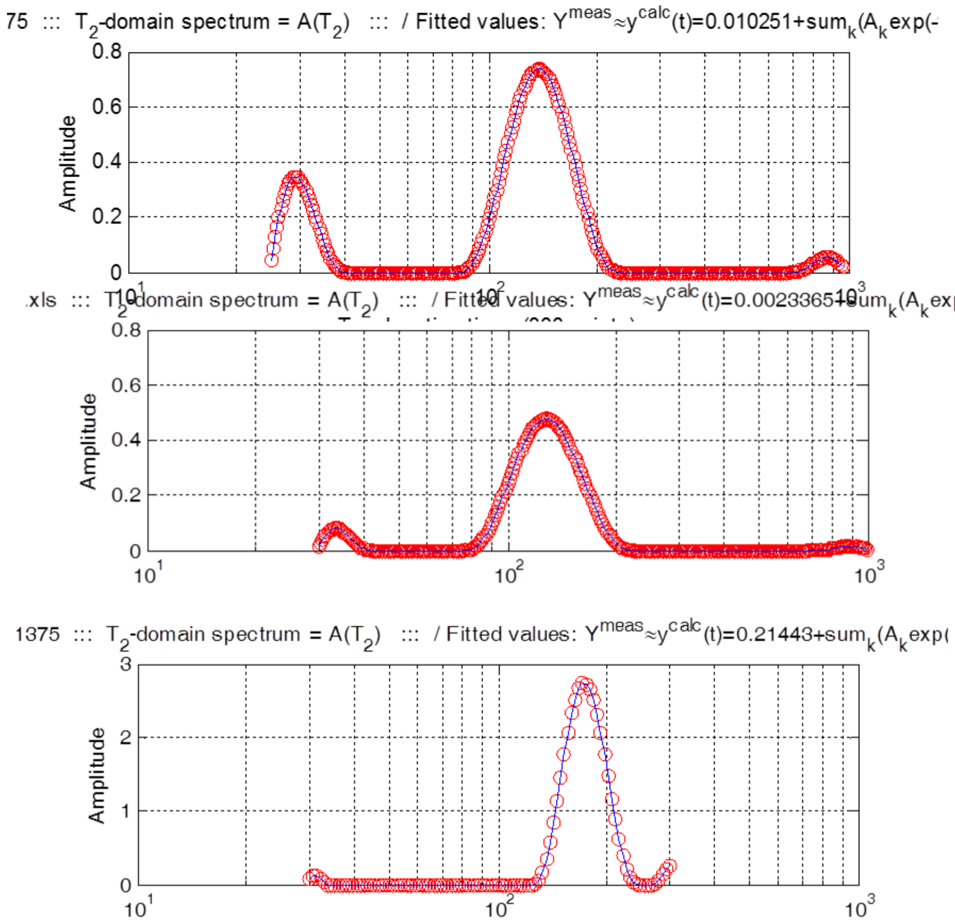


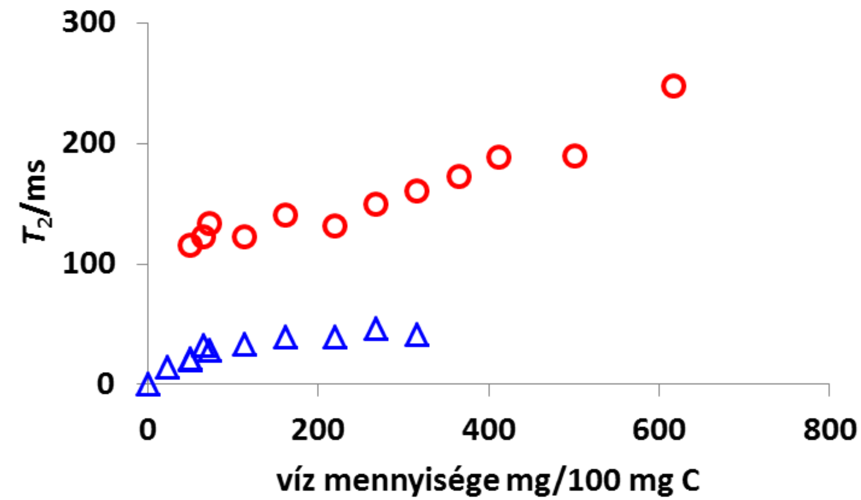
- A modell
  - A felületen a relaxáció gyors
  - A diffúzió „terjeszti”, átlagolja
  - Diffúzió gátolt relaxáció, akkor a méret számít

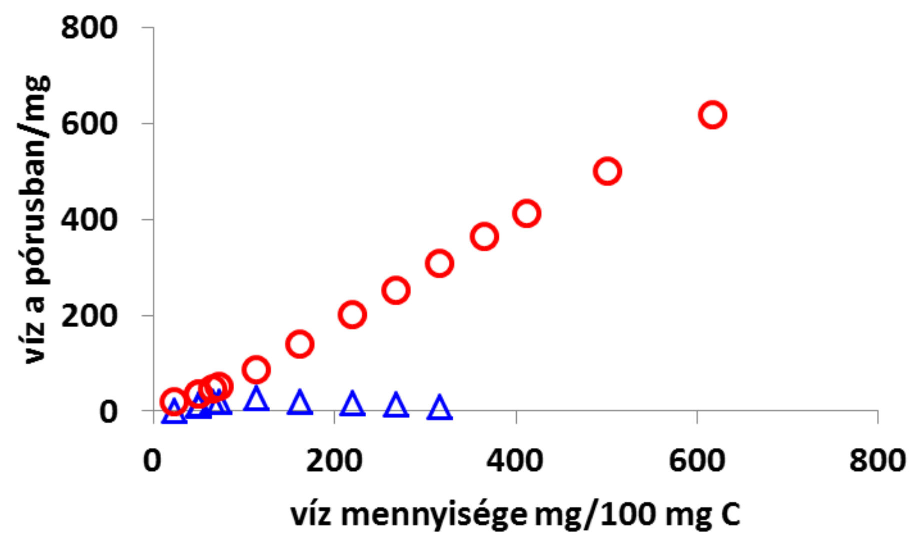
$$\frac{1}{T_2} = \frac{V_s}{V}\frac{1}{T_{2s}} + \cancel{\frac{V_b}{V}\frac{1}{T_{2b}}}$$

KI A KICSIT NEM BECSÜLI
RELAXOMETRIA 20 MHz

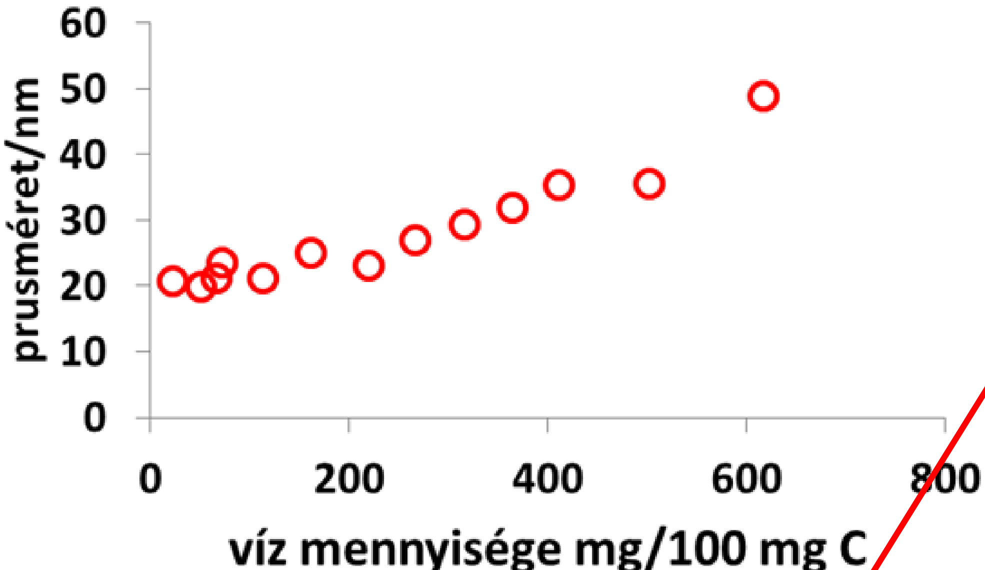
Relaxációs idő eloszlás







MÉRETELOSZLÁS
RELAXOMETRIA



$$\rho = \left\{ 1 - \left[\left(\frac{T_{2s}}{T_2} - 1 \right) \Big/ \left(\frac{T_{2s}}{T_{2b}} - 1 \right) \right]^{1/3} \right\}^{-1}$$

A dimenzió nélküli méret azt fejezi ki, hogy hányszorosa a karakterisztikus méret felületi rétegvastagságnak

T_s a kulcs, a felületi rétegvastagság, vagy a geometria????

Nitrogén és vízgőz szorpció segít és TEM/SEM

KÖSZÖNÖM A FIGYELMET!

NKFIH: OTKA:109558

Berka Márta
Nagy Zoltán
Novák Levente

Kéri Mónika
Nyul Dávid

László Krisztina
Nagy Balázs

KKMB

Debreceni Kémiai K+F Műhely
GINOP-2.3.2-15-2016-00008

SZÉCHENYI 2020

MAGYARORSZÁG KORMÁNYA
Európai Unió
Európai Regionális Fejlesztési Alap
BEFEKTETÉS A JÖVŐBE

Debreceni Kémiai K+F Műhely
GINOP-2.3.2-15-2016-00008