

Определение гранулометрического состава и электрокинетического потенциала порошков филлосиликатов методом фотонной корреляционной спектроскопии

Анна Геннадьевна Четверикова

Оренбургский государственный университет, Оренбург, Россия, KR-727@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7045-3588>

Аннотация. Рассмотрены актуальные проблемы контроля гранулометрического состава и электрокинетического потенциала порошков филлосиликатов методом фотонной корреляционной спектроскопии. Проанализированы стабильные стандартно подготовленные коллоидные растворы порошков каолиновой и монтмориллонитовой глин месторождений Оренбургской области. Наиболее качественный раствор с доступными для наблюдения объектами получен вблизи изоэлектрической точки скола минералов (водородный показатель раствора $\text{pH}=6,5$). Определены модальные эффективные диаметры неагломерированных частиц каолинита и монтмориллонита. Установлено образование ультра- и микроагрегатов частиц микрометровых размеров, взаимодействовавших как по базисным плоскостям, так и по типу «базис – боковой скол». Измерена зависимость электрокинетического потенциала суспензии каолиновых и монтмориллонитовых частиц от водородного показателя среды. Показано, что поведение частиц обоих типов в электрическом поле в суспензии с $\text{pH}>5$ практически аналогично, а основные различия проявляются в кислой среде: изоэлектрическая точка для каолинита близка к $\text{pH}=2$, а для монтмориллонита – к $\text{pH}=3,5$. Результаты исследования будут полезны при создании адсорбентов на основе природных филлосиликатов.

Ключевые слова: гранулометрический состав, электрокинетический потенциал, коллоидный раствор, pH среды, филлосиликат

Благодарности: автор выражает благодарность сотрудникам Центра коллективного пользования приборным оборудованием «Институт микро- и нанотехнологий» (ЦКП ИМНТ ОГУ) Алиджанову Э. К. и Никияну А. Н. за предоставленное оборудование и методическую помощь.

Для цитирования: Четверикова А. Г. Определение гранулометрического состава и электрокинетического потенциала порошков филлосиликатов методом фотонной корреляционной спектроскопии // Измерительная техника. 2021. №. 11. С. 67–72. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-11-67-72>

Determination of particle size distribution and electrokinetic potential of phyllosilicate powders by photon correlation spectroscopy

Anna G. Chetverikova

Orenburg State University, Orenburg, Russia, KR-727@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7045-3588>

Abstract. The creation of adsorbents based on natural phyllosilicates is one of the primary tasks of modern materials science. In its solution, the control of the granulometric composition of the powders is a prerequisite. The issues of controlling the particle size distribution and electrokinetic potential of phyllosilicates by the method of photon correlation spectroscopy are considered. Stable standardly prepared colloidal solutions of powders of kaolinite and montmorillonite clays from deposits of the Orenburg region are analyzed. The highest quality solution with objects accessible for observation was obtained near the isoelectric cleavage point of minerals (potential of hydrogen $\text{pH}=6.5$). The modal effective diameters of non-agglomerated particles of kaolinite and montmorillonite have been determined. The formation of ultra- and microaggregates of micron-sized particles was established, interacting both along the basal planes and by the type of basal-lateral cleavage. The dependence of the electrokinetic potential of a suspension of kaolinite and montmorillonite particles on the pH of the medium has been measured. It is shown that the behavior of particles of both types in an electric field in a suspension with $\text{pH}>5$ is practically the same, and the main differences are manifested in an acidic medium: the isoelectric point for kaolinite is close to $\text{pH}=2$, and for montmorillonite, $\text{pH}=3.5$.

Keywords: particle size distribution, electrokinetic potential, colloidal solution, pH of the medium, phyllosilicate

Acknowledgments: the author is grateful to the staff of the Common Facility Center "Institute of Micro and NANO Technologies" (Orenburg State University) E. K. Alidzhanov and A. N. Nikiyan for the provided equipment and methodological assistance.

Введение. Развитие нанотехнологий требует прецизионного метрологического сопровождения экспериментальных исследований, проводимых в нано- и микрометровых диапазонах. Необходимо опережающее развитие методологических и методических разработок в области изучения

дисперсных систем, например, ультрадисперсных порошков и коллоидных растворов в целом [1–2].

Гранулометрический состав синтезируемого порошка в основном определяет конечные свойства материалов. Агломераты разных размеров в дисперсной системе приводят

к возникновению широкого спектра артефактов во время технологического процесса [3], особенно при синтезе керамики из природных филлосиликатов. Исследование гранулометрического состава природных филлосиликатов состоит из трёх равноценных этапов: пробоотбора, диспергирования и измерений.

На первом этапе из всей массы порошка выбирают представительную пробу (обычно менее 1 г) для анализа. Выбор пробы существенно влияет на результат морфологических измерений, прежде всего, частиц размерами менее микрометра. В сухом виде подобные частицы склонны к агломерации из-за действия молекулярных и электростатических сил, поэтому гидродинамические радиусы частиц порошков определяют в коллоидных растворах. В подобных средах агломераты разрушают с помощью ультразвука и манипулируют если не зарядом базальных поверхностей, то зарядом боковых сколов частиц, предотвращая их коагуляцию в процессе измерений [4]. Эффект дезагломерации зависит от параметров среды диспергирования и ультразвуковой амплитуды, которая должна быть сопоставима с размерами частиц или их кластеров. Как правило, удовлетворительный эффект дезагломерации достигается в диапазоне частот 20–100 кГц [5–6].

Заряд, формируемый на поверхности глинистых частиц, во многом определяет свойства глин [7]. Заряд на поверхности частицы зависит от дефектов кристаллической решетки [8–9], типа и концентрации катионов в поровом пространстве частиц, водородного показателя (рН) раствора [10] и собственно природы дисперсионной среды [11].

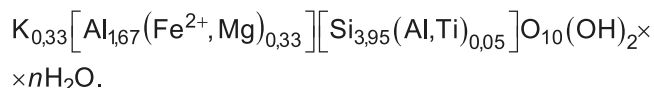
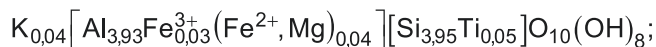
Количественно электростатическое взаимодействие частиц в растворе характеризуется значением электрокинетического потенциала (ζ -потенциала), возникающего на границе скольжения между адсорбционным и диффузионным слоями [12]. Электрокинетический потенциал, в свою очередь, влияет на процесс адсорбции как молекул воды, так и тяжелых металлов силикатными поверхностями глинистых минералов [13].

Удельная поверхность частиц обратно пропорциональна их размеру, следовательно, с увеличением поверхности адсорбционная способность глин увеличивается [14, 15]. Стабилизация суспензий из филлосиликатов зависит от свойств диспергаторов, а также от специфических взаимодействий глинистых частиц. Диспергаторы, адсорбируясь на поверхности частиц, вызывают между ними электростатические силы отталкивания, которые определяют вязкость шликеров [16, 17].

Цель исследования – определение достоверных значений размеров и электрокинетического потенциала частиц, ответственных за вязкость, тиксотропные и адсорбционные свойства частиц глинистых минералов.

Материалы и методы исследования. Исследовали порошки двух природных глин месторождений Оренбургской области. Согласно результатам рентгеноструктурного исследования, обогащенные глины содержали более 70 % глинистых минералов каолинита Kt и монтмориллонита Mt. Химические составы исследуемых глин определяли по методикам силикатного анализа [18], основными оксидами в глинах являлись SiO_2 и Al_2O_3 . В Mt-глине в 2 раза выше содержание оксидов железа; компоненты Na_2O , K_2O , MgO , TiO_2 в обеих глинах представлены одинаково. Автором в настоящем исследовании

установлено, что усредненные структурные формулы филлосиликатов имели вид для Kt и Mt соответственно



В квадратных скобках указаны катионные составы гидроксильного и силоксанового слоёв, сформировавших поверхностный заряд частиц минералов.

Гранулометрический состав (гидродинамический радиус) Kt- и Mt-порошков определяли методом динамического рассеяния света (фотонной корреляционной спектроскопии) на анализаторе размеров частиц Photocor Compact-Z (ООО «Фотокор», Россия). Исходные пробы, состоявшие из частиц глинистых минералов размерами $d \leq 40$ мкм, суспендировали в дисперсионной среде – деионизированной воде (ГОСТ Р 58144-2018 «Вода дистиллированная. Технические условия»). Ультразвуковое диспергирование суспензии проводили в течение 5 мин с помощью УЗ-гомогенизатора аналогично методике, предложенной в [19]. Для достижения устойчивости суспензию отстаивали в течение 300 мин в условиях свободной седиментации. Непосредственно перед анализом разбавляли суспензию с помощью аналогичной дисперсионной среды до достижения требуемой концентрации 1 % (масс.) (ГОСТ 8.887-2015 «ГСИ. Потенциал электрокинетический (дзета-потенциал) частиц в коллоидных системах. Оптические методы измерения»). Для этого дозатором переменного объема Proline 1-5ml в ампулы объемом 2 мл, соответствующим 2/3 объема виалы, наливали дисперсионную жидкость. В каждую виалу дозатором Proline-mcl случайным образом от всего объема суспензии отбирали пробы по 200 мкл и измеряли гидродинамический диаметр наночастиц в каждой пробе два раза в термостатируемых условиях при температуре $(21 \pm 0,5)$ °С методом фотонной корреляционной спектроскопии [20] с использованием аттестованной методики измерений (ГОСТ Р 57325-2017 «Композиты керамические. Подготовка образцов к определению гранулометрического состава керамического порошка»).

Для испытаний стабильности суспензий (рН=6,5) с каолинитовой и монтмориллонитовой глинами применяли по две партии этих суспензий и хранили их при нормальных условиях (при комнатной температуре (20 ± 2) °С).

Повторяемость измерений гидродинамических радиусов с точки зрения старения приготовленных коллоидных растворов отслеживали аналогично методике, предложенной в статье [20], через равные промежутки времени (двое суток), длительность испытаний составила шесть суток.

Для того чтобы оценить агрегативную устойчивость частиц глинистых минералов в коллоидном растворе, рассчитывали поверхностную плотность энергии теплового движения частиц [21]:

$$\sigma_m = \gamma kT/d^2,$$

где γ – коэффициент, приблизительно равный 10; k – постоянная Больцмана; T – температура; d – гидродинамический размер.

Образцы сканировали с помощью атомно-силового микроскопа SMM-2000 (ЗАО «ПРОТОН-МИЭТ», Россия) в контактном режиме с использованием кантилверов общего назначения MSCT (Bruker, США), жёсткостью 0,01 Н/м и номинальным радиусом кривизны зонда 15 нм. Для морфометрического анализа полученных изображений применяли программное обеспечение микроскопа.

Незначительное количество Kt- и Mt-растворов наносили на подложку в виде свежего скола слюды. После полного высыхания образцов проводили сканирование со скоростью одна строка в секунду.

Далее измеряли основную физико-химическую характеристику частиц глинистых минералов – электрокинетический потенциал – по их электрофоретической подвижности на анализаторе Photocor Compact-Z. Учитывая тип образца, использовали кювету с погружными электродами, прикладываемое напряжение составляло 5 мВ, межэлектродное пространство – 4 мм.

Дисперсионными средами служили буферные растворы, удовлетворяющие требованиям, прописанным в ГОСТ 4919.2-2018 «Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов». Кислотность контролировали лабораторным ионометром И-160МИ (ООО «Измерительная техника», Россия). Для изменения pH дисперсионной среды применяли гликолевые и фосфатно-цитратный растворы.

Результаты и их обсуждение. Коллоидные растворы на протяжении 6 суток оставались стабильны: отсутствовала чёткая граница между надосадочной жидкостью и осаждающейся суспензией; плотный осадок составил менее 10 % от объёма.

В таблице приведены модальные значения гидродинамических радиусов r_h в суспензиях Kt, Mt с различным водородным показателем; значения радиусов в микрометрах сопоставлены с количественным (процентным) содержанием x частиц; полужирным шрифтом отмечены пробы суспензий, содержащие хлопья (флокулы).

В сильнокислой среде в Kt-суспензии оседание флоккул существенно осложнило измерительный процесс. Эта проблема исчезла при $pH > 5$. В целом гранулометрические составы каолинита в умеренно кислых средах с различными pH оказались весьма схожи. Для всех растворов с $pH < 11$ установлено, что более 25 % частиц имели размеры в диапазоне 140–230 нм.

Коллоидный раствор монтмориллонита в диапазоне $1,5 < pH \leq 5$ был нестабилен из-за склонности к образованию микроагрегатов размерами более 40 мкм. Собственные размеры монтмориллонитовых частиц зафиксировали при $pH = 6,5$.

В сильнощелочной среде оба раствора стали снова неустойчивыми. Таким образом, наиболее качественный раствор с доступными для наблюдения объектами получен вблизи изоэлектрической точки скола минералов [13]. В этих условиях диссоциация сиоловых (Si–OH) и алюмоиловых (Al–OH) групп оказалась минимальна, а образовавшиеся в незначительных количествах положительные и отрицательные заряды на сколах уравнивали друг друга.

Данные по гранулометрическому составу стабилизированных суспензий ($pH = 6,5$) приведены на рис. 1. Размер глинистых частиц определился их минеральным составом.

Модальные значения гидродинамических радиусов частиц Kt- и Mt-суспензий и их процентное содержание при различных pH

pH	Kt		Mt	
	r_h , мкм	x , %	r_h , мкм	x , %
1,5	0,19;0,91	56:44	0,20;2,24;73,40	69:6:24
3,0	0,02;0,23;8,74	8:58:34	0,06;0,31;85,10	5:72:13
5,0	0,17;1,43;33,90	29:21:50	(0,11–0,31):46,20	67:33
6,5	0,14;1,13;23,10	13:26:61	0,018;2,700;0,190	1:89:10
11,0	0,069;0,780;22,300	3:31:66	0,19;1,93	5:93

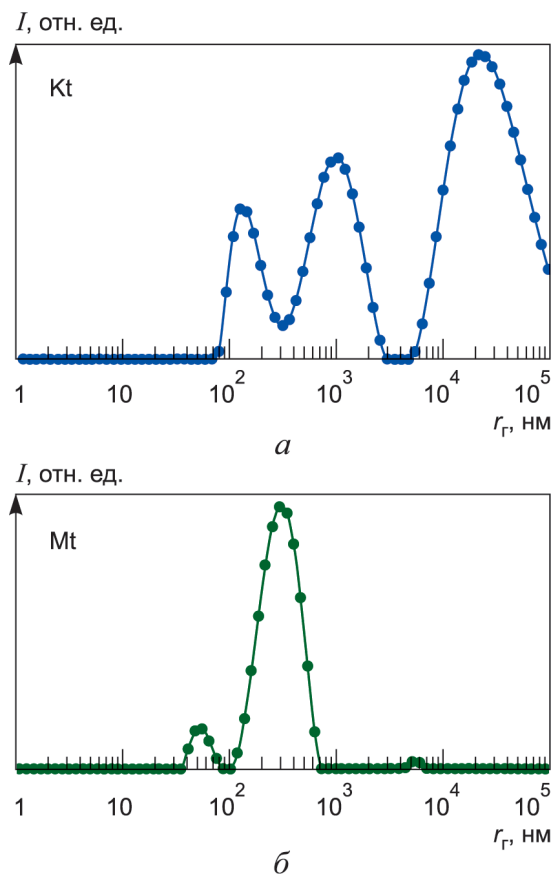


Рис. 1. Распределения гидродинамических радиусов частиц r_h в коллоидных растворах каолинита Kt (а) и монтмориллонита Mt (б) при $pH = 6,5$

Fig. 1. Distributions of hydrodynamic radii of particles r_h in colloidal solutions of kaolinite Kt (a) and montmorillonite Mt (b) at $pH = 6.5$

Значения гидродинамических радиусов каолинитовых частиц представлены тремя модальными максимумами: (0,14±0,05); (1,13±0,40); (23,4±2,7) мкм (рис. 1, а). Гранулометрический состав монтмориллонита (рис. 1, б) представлен малой группой нативных частиц размерами (18±3) нм, представительной группой (0,27±0,07) мкм и небольшим количеством частиц со средним эффективным диаметром (11±7) мкм. Дополнительным доводом в пользу строгого соблюдения требований стандартов при подготовке суспензии стало значение критерия, вычисление которого основано на полученных значениях эффективных диаметров глинистых частиц в суспензии с $pH = 6,5$. Рассчитанные значения указанного критерия

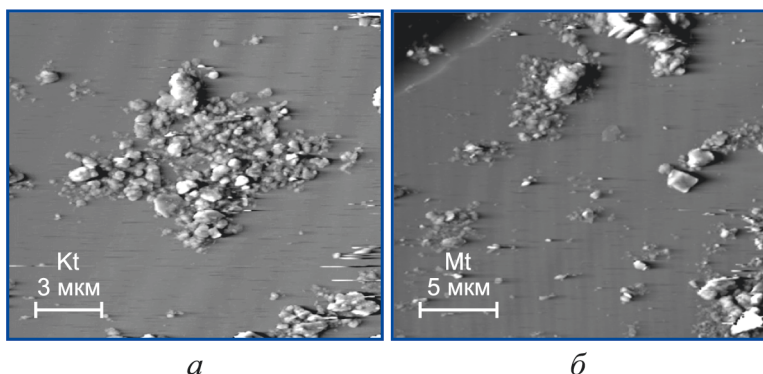


Рис. 2. Изображения частиц каолинита Kt (а) и монтмориллонита Mt (б), полученные с помощью атомно-силового микроскопа

Fig. 2. Atomic force microscopic images of kaolinite Kt (a) and montmorillonite Mt (b) particles

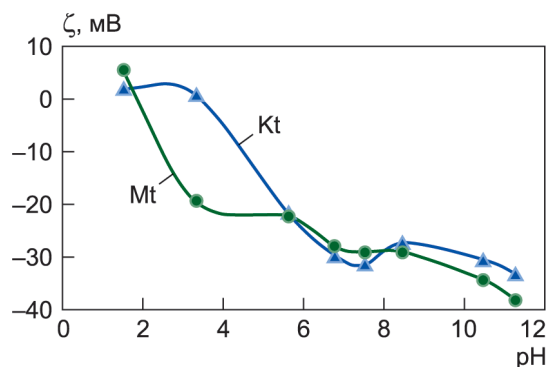


Рис. 3. Зависимость электрокинетического ζ -потенциала от pH среды растворов каолинита Kt и монтмориллонита Mt

Fig. 3. Dependence of the electrokinetic ζ -potential on the pH of the medium of solutions of kaolinite Kt and montmorillonite Mt

находились в диапазоне 10^{-7} – 10^{-8} Дж/м², что характерно для динамически подвижных систем [21].

Основным проблемным механизмом, приводящим к нестабильности гранулометрических измерений, являлась коагуляция наночастиц [20]. На рис. 1, а показано, что в каолините только 13 % объектов – собственно глинистые частицы с присущими им размерами и габитусом. Немногим более 25 % объектов объединилось в ультрамикроагрегаты, а оставшиеся примерно 60 % – в микроагрегаты. Глинистые частицы представляли собой кластеры из отдельных частиц, взаимодействовавших по схеме «базис – базис» пластинчато-чешуйчатой формы. Их максимальная длина и толщина не превышала нескольких микрометров. Косвенным подтверждением того, что это ультрамикроагрегаты, являлась их прочная межчастичная связь, трудно разрушаемая при диспергировании как механическими, так и физико-химическими методами.

Mt-суспензия из-за своей особенности поверхностного заряда базальной плоскости минеральных частиц содержала единичные обособленные нанообразования размерами 15–20 нм (около 1 %). Частицы монтмориллонита намного меньше по размеру, чем частицы каолинита, толщина чешуек

может соответствовать нескольким десяткам элементарных слоёв (1–5 нм), а длина – порядка 10 нм [13]. Валовая часть объёма (почти 90 %) пришлась на ультрамикроагрегаты и лишь 10 % – на микроагрегаты. Появление микроагрегатов обусловлено контактом не только по базисным плоскостям, но и по типу «базис – боковой скел». Для каолинита характерны микроагрегаты изометричной формы, для монтмориллонита – тонкой листообразной формы.

На рис. 2, а показан обзорный скан Kt-образца, сделанный атомно-силовым микроскопом. Обнаруженные на изображениях структуры неоднородны по составу. Визуализация крупных конгломератов затруднена, поскольку максимальный ход сканера по вертикали составил всего 3 мкм, что не позволило распознать объекты с большей высотой. Например, в нижней части рис. 2, а расположен объект высотой более 3 мкм, который игла микроскопа задела и проволокла за собой по подложке. На изображении это проявилось в возникновении горизонтальных линий на скане и отсутствии сигнала на вершине структуры.

Mt-образец также неоднороден по составу (рис. 2, б). На обзорных изображениях обнаружены субмикровые объекты размером 120–520 нм. Агломераты в верхней части рис. 2, б, по размеру не превышали 15 мкм и состояли из микронных объектов размерами 1,2–2,5 мкм. Крупных образований, присутствующих в Kt-образце, не обнаружили.

У авторов [12] система «монтмориллонитовая глина – вода» содержала лишь частицы со средним диаметром $(1,62 \pm 0,37)$ мкм. В системе «каолиновая глина – вода» наблюдались две группы частиц: размером $(4,22 \pm 1,09)$ мкм и размером $(0,79 \pm 0,11)$ мкм. Таким образом, тщательная пробоподготовка позволила автору настоящей статьи оценить габариты нативных частиц, а не только их разноразмерных кластеров.

При интерпретации данных гранулометрии учитывалось, что длина частиц варьировала от нескольких десятков нанометров (у монтмориллонита) до нескольких микрометров (у каолинита), а ширина – от нескольких нанометров до 1–2 мкм соответственно [13]. В итоге морфометрических исследований установлено, что модальный диаметр неагломерированных частиц каолинита примерно равен 70 нм, а монтмориллонита около 20 нм.

На рис. 3 показана зависимость ζ -потенциала от pH среды для каолиновой и монтмориллонитовой глин. Можно выделить несколько диапазонов pH, при которых наблюдались качественные и количественные изменения ζ -потенциала.

Основные различия проявились в кислой среде: изоэлектрическая точка для каолинита близка к pH=2, а для монтмориллонита pH=3,5. У Kt-частиц ζ -потенциал уменьшился от +5 до –20 мВ при pH 1,5–3,3, а у Mt-частиц – при pH 3–5,5. Вероятно, в условиях реакции, проходившей в сильноокислой среде на боковых сколах каолинита протонировались не только гидроксильные группы, но и атомы кислорода в тетраэдрической сетке, в результате чего сформировался положительный заряд, и возросла способность минерала к электростатической сорбции анионов.

Поведения монтмориллонитовых и каолининовых частиц в электрическом поле в суспензии с $5 < \text{pH} \leq 10$ практически идентичны. В этом диапазоне pH электрокинетический потенциал в пределах погрешности измерений медленно менялся, в сильнощелочной среде ($\text{pH} > 10$) значения опускались ниже -30 мВ. Возможно, в условиях протекания реакции в сильнощелочной среде боковые сколы филлосиликатов приобрели отрицательный заряд и проявилась максимальная способность к поглощению катионов.

Очевидно, что в обоих случаях наиболее интенсивное изменение потенциала наблюдалось при низких ($\text{pH} = 3$) и высоких ($\text{pH} = 12$) значениях водородного показателя. В первом случае это происходило за счёт быстрого роста отрицательных зарядов на сколах при перезарядке тетраэдрической сетки, а во втором – за счёт отрицательного заряда, образовавшегося на сколах как тетраэдрической, так и октаэдрической сеток [22].

Зависимость ζ -потенциала частиц глинистых минералов от pH среды коррелировала с аналогичными зависимостями, полученными в работах [17, 23]. Различия в значениях ζ -потенциала обусловлены условиями эксперимента (межэлектродной разностью потенциалов, составом среды) и индивидуальными поверхностными зарядами минералов различных месторождений.

Заключение. Проведённые исследования показали, что для корректного определения гранулометрического состава порошков филлосиликатов методом фотонной корреляционной спектроскопии при диспергировании в дистиллированной воде необходимы пробоотбор частиц размером менее 40 мкм, ультразвуковая обработка коллоидного раствора и его термостабилизация. Нарушение требований ГОСТ 8.887-2015 по концентрации коллоидных растворов (1 масс. %) и межэлектродной разности потенциала (5 В) приводит к активным коагуляционным процессам и существенно завышенным значениям как гидродинамических радиусов, так и электрокинетического потенциала.

Список источников

1. Котов Ю. А., Иванов В. В. Порошковые нанотехнологии для создания функциональных материалов и устройств электрохимической энергетики // Вестник Российской академии наук. 2008. Т. 78. № 9. С. 777–791.
2. Bensebaa F., *Nanoparticle Technologies: From Lab to Market*, Oxford, Academic Press, 2013, 560 p.
3. Lange F. F., *Journal of the American Ceramic Society*, 1989, vol. 72, iss. 1, pp. 3–15. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1989.tb05945.x>
4. Миронов Р. А., Забежайлов М. О., Якушкина В. С., Русин М. Ю. Определение гранулометрического состава порошков на основе диоксида циркония методами статического лазерного рассеяния и оптической микроскопии // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2016. Т. 82. № 11, С. 32–36.
5. Wu T. Y., Guo N., Teh Ch. Y., Hay J. X. W., *Advances in ultrasound technology for environmental remediation*, Springer, 2013, pp. 5–12. <https://doi.org/10.1007/978-94-007-5533-8>
6. Новик А. В. Исследование процесса ультразвукового диспергирования керамических материалов в жидких средах: автореф. дисс. канд. техн. наук (ЛЭТИ, Санкт-Петербург, 2013).
7. Buckley J. S., Takamura K., Morrow N. R., *SPE Reservoir Engineering*, 1989, vol. 4, iss. 03, pp. 332–340. <https://doi.org/10.2118/16964-PA>
8. Naveen Kumar, Cunlu Zhao, Aram Klaassen, Dirk van den Ende, Frieder Mugele, Igor Siretanu, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 2016, vol. 175, pp. 100–112. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2015.12.003>
9. Gupta V., Miller J. D., *Journal of the Colloid Interface Science*, 2010, vol. 344, iss. 2, pp. 362–371. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2010.01.012>
10. Nikhil John Kollannur, Dali Naidu Arnepalli, Factors Influencing Zeta Potential of Clayey Soils, in book: Stalin V., Muttharam M. (eds) *Geotechnical Characterisation and Geoenvironmental Engineering. Lecture Notes in Civil Engineering*, Springer, Singapore, 2019, vol. 16, pp. 171–178. https://doi.org/10.1007/978-981-13-0899-4_21
11. Chen J., Min F., Liu L., Jia F., *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, 2020, vol. 56, no. 2, pp. 338–349. <https://doi.org/10.37190/ppmp/117769>
12. Середин В. В., Красильников П. А., Медведева Н. А. Изменение электрокинетического потенциала глинистых коллоидов в водной и углеводородной средах // Геоэкология. Инженерная геология. Гидрогеология. Геоэкология. 2017. № 1. С. 66–74.
13. Осипов В. И., Соколов В. Н. Глины и их свойства. Монография. М.: Геос. 2013. 578 с.
14. Везенцев А. И., Данг Минь Тхуи, Перистая Л. Ф., Михайлюкова М. О. Фазовый и гранулометрический состав, структурно-морфологические и текстурные характеристики композиционного сорбента // Сорбционные и хроматографические процессы. 2018. Т. 18. № 3. С. 297–308. <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2018.18/532>
15. Янин Е. Н. Особенности распределения тяжелых металлов в гранулометрическом спектре техногенных речных илов // Проблемы окружающей среды и природных ресурсов. 2018. № 7. С. 58–65.
16. Hammas A., Lecomte-Nana G., Azril N., Daou I., Peyratout C., Zibouche F., *Minerals*, 2019, vol. 9, no 12, 757. <https://doi.org/10.3390/min9120757>
17. Cui J., Zhang Z., Han F., *Applied Clay Science*, 2020, vol. 190, no. 1, 105543. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2020.105543>
18. Четверикова А. Г., Каныгина О. Н., Алпысбаева Г. Ж., Юдин А. А., Сокабаева С. С. Инфракрасная спектроскопия как метод определения структурных откликов природных глин на СВЧ-воздействие // Конденсированные среды и межфазные границы. 2019. Т. 21. № 3. С. 446–454. <https://doi.org/10.17308/kcmf.2019.21/1155>
19. Merkus H., *Particle size measurements*. Springer, 2008, 534 p. <https://doi.org/10.1007/978-1-4020-9016-5>
20. Лизунова А. А., Ефимов А. А., Уразов М. Н., Сивододов Д. А., Лисовский С. В., Скидин Д. О., Лошкарев А. А., Волков И. А., Иванов В. В. Разработка и возможности применения стандартных образцов диаметра наночастиц коллоидных растворов оксидов алюминия, титана, кремния и цинка // Стандартные образцы. 2013. № 3. С. 16–20.

21. Данилов В. Е., Айзенштадт А. М. Комплексный подход к оценке наноразмерных фракций полидисперсных систем измельченных горных пород // Нанотехнологии в строительстве: научный интернет- журнал. 2016. Т. 8, вып. 3. С. 97–110. <https://doi.org/10.15828/2075-8545-2016-8-3-97-110>

22. Yukselen Y., Kaya A., *Water, Air, and Soil Pollution*, 2003, vol. 145, no 1–4, pp. 155–168. <https://doi.org/10.1023/A:1023684213383>

23. Hojiyev R., Ersever G., Karaağaçlıoğlu İ. E., Karakaş F., Boylu F., *Applied Clay Science*, 2016, vol. 127–128, pp. 105–110. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2016.03.042>

References

1. Kotov Y. A., Ivanov V. V., Poroshkovye nanotekhnologii dlya sozdaniya funktsional'nykh materialov i ustroystv elektrokhimicheskoi energetiki [Powder nanotechnology for creating functional materials and devices for electrochemical energy], *Bulletin of the Russian Academy of Sciences*, 2008, vol. 78, no. 9, pp. 777–791. (In Russ.)

2. Bensebaa F., *Nanoparticle Technologies: From Lab to Market*, Oxford, Academic Press, 2013, 560 p.

3. Lange F. F., *Journal of the American Ceramic Society*, 1989, vol. 72, iss. 1, pp. 3–15. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1989.tb05945.x>

4. Mironov R. A., Zabezhaylov M. O., Yakushkina V. S., Rusin M. Y., Determination of the Grain-Size Distribution of Zirconia Based Powders by the Methods of Static Laser Scattering and Optical Microscopy, *Industrial laboratory. Diagnostics of materials*, 2016, vol. 82, no. 11, pp. 32–36. (In Russ.)

5. Wu T. Y., Guo N., Teh Ch. Y., Hay J. X. W., *Advances in ultrasound technology for environmental remediation*, Springer, 2013, pp. 5–12. <https://doi.org/10.1007/978-94-007-5533-8>

6. Novik A. V., Extended abstract of candidate's dissertation in tech. sciences (LETI, St. Petersburg, 2013).

7. Buckley J. S., Takamura K., Morrow N. R., *SPE Reservoir Engineering*, 1989, vol. 4, iss. 03, pp. 332–340. <https://doi.org/10.2118/16964-PA>

8. Naveen Kumar, Cunlu Zhao, Aram Klaassen, Dirk van den Ende, Frieder Mugele, Igor Siretanu, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 2016, vol. 175, pp. 100–112. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2015.12.003>

9. Gupta V., Miller J. D., *Journal of the Colloid Interface Science*, 2010, vol. 344, iss. 2, pp. 362–371. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2010.01.012>

10. Nikhil John Kollannur, Dali Naidu Arnepal, Factors Influencing Zeta Potential of Clayey Soils, in book: Stalin V., Muttharam M. (eds) *Geotechnical Characterisation and Geoenvironmental Engineering*.

Lecture Notes in Civil Engineering, Springer, Singapore, 2019, vol. 16, pp. 171–178. https://doi.org/10.1007/978-981-13-0899-4_21

11. Chen J., Min F., Liu L., Jia F., *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, 2020, vol. 56, no. 2, pp. 338–349. <https://doi.org/10.37190/ppmp/117769>

12. Seredin V. V., Krasil'nikov P. A., Medvedeva N. A., Variation of electrokinetic potential of clayey colloids in aquatic and hydrocarbon media, *Geoekologiya. Inzhenernaya Geologiya. Gidrogeologiya. Geokriologiya*, 2017, no. 1, pp. 66–74. (In Russ.)

13. Osipov V. I., Sokolov V. N., *Gliny i ikh svoystva: Monografiya [Clays and their properties: Monograph]*, Moscow, Geos Publ., 2013, 578 p. (In Russ.)

14. Vesentsev A. I., Dang Minh Thuy, Peristaya L. F., Mihaylyukova M. O., *Sorption and chromatographic processes*, 2018, vol. 18, no. 3, pp. 297–308. (In Russ.) <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2018.18/532>

15. Yanin E. N., Osobennosti raspredeleniya tyazhelykh metallov v granulometricheskom spektre tekhnogennykh rechnykh ilov [Features of the distribution of heavy metals in the granulometric spectrum of technogenic river silts], *Problemy okruzhayushchei sredy i prirodnnykh resursov*, 2018, no. 7, pp. 58–65. (In Russ.)

16. Hammas A., Lecomte-Nana G., Azril N., Daou I., Peyratout C., Zibouche F., *Minerals*, 2019, vol. 9, no 12, 757. <https://doi.org/10.3390/min9120757>

17. Cui J., Zhang Z., Han F., *Applied Clay Science*, 2020, vol. 190, no. 1, 105543. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2020.105543>

18. Chetverikova A. G., Kanygina O. N., Alpysbaeva G. Z., Yudin A. A., Sokabayeva S. S., *Kondensirovannyye Sredy i Mezhfaznye Granitsy*, 2019, vol. 21, iss. 3, pp. 446–454. (In Russ.) <https://doi.org/10.17308/kcmf.2019.21/1155>

19. Merkus H., *Particle size measurements*. Springer, 2008, 534 p. <https://doi.org/10.1007/978-1-4020-9016-5>

20. Lizunova A. A., Efimov A. A., Urazov M. N., Sivodedov D. A., Lisovskiy S. V., Skidin D. O., Loshkarev A. A., Volkov I. A., Ivanov V. V., Development and application of standard samples of the diameter of nanoparticles of colloidal solutions of aluminum, titanium, silicon and zinc oxides, *Standard samples*, 2013, no. 3, pp. 16–20. (In Russ.)

21. Danilov V. E., Ayzenstadt A. M., *Nanotechnologies in Construction: A Scientific Internet-Journal*, 2016, vol. 8, no. 3, pp. 97–110. (In Russ.) <https://doi.org/10.15828/2075-8545-2016-8-3-97-110>

22. Yukselen Y., Kaya A., *Water, Air, and Soil Pollution*, 2003, vol. 145, no 1–4, pp. 155–168. <https://doi.org/10.1023/A:1023684213383>

23. Hojiyev R., Ersever G., Karaağaçlıoğlu İ. E., Karakaş F., Boylu F., *Applied Clay Science*, 2016, vol. 127–128, pp. 105–110. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2016.03.042>

Статья поступила в редакцию 24.05.2021; одобрена после рецензирования 31.08.2021; принята к публикации 07.09.2021. The article was submitted 24.05.2021; approved after reviewing 31.08.2021; accepted for publication 07.09.2021.

ПОПРАВКА

Статья А. Ю. Грибова, О. И. Бердасова, Г. С. Белотелова и др. «Оптический стандарт частоты на холодных атомах стронция», опубликованная в журнале «Измерительная техника» № 12 2020 г. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-12-22-27>, должна быть дополнена следующей информацией: **Финансирование:** работа выполнена в рамках НИР «Исследование путей создания эталона килограмма на основе ватт-весов», шифр «Баланс» (государственный контракт № 120-85/2020 от 15.09.2020 г.).