

# Praca dyplomowa inżynierska

## Badania doświadczalne doboru katalizatora do syntezy nanokryształów MoS<sub>2</sub>

**Autor: Maria Jarzabek**

Nr albumu: 283161

Promotor: dr hab. Inż. Łukasz Makowski, profesor uczelni

Opiekun pomocniczy: mgr Michał Wojtalik

Rok akademicki: 2019/2020



### Wprowadzenie

Technologia wytwarzania nanocząstek to obecnie jeden z najważniejszych działów nanotechnologii. W niniejszej pracy zbadany został proces syntezy disiarczku amonu. Jest to ważny związek, wykorzystywany jest jako środek smarny, jako dodatek w olejach silnikowych, katalizator, ma także zastosowanie w budowie półprzewodników i w elektronice.

### Cel i zakres pracy

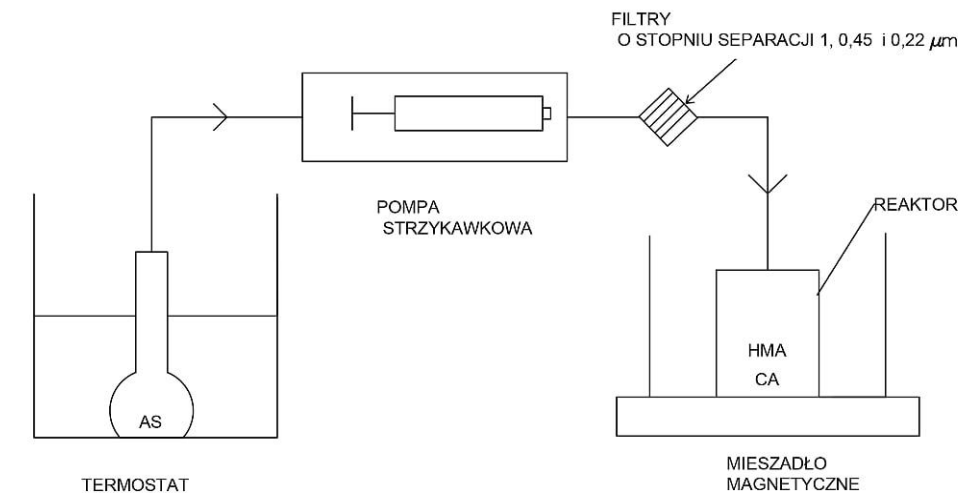
Celem pracy był dobór odpowiedniego katalizatora do reakcji syntezy disiarczku amonu. Porównano dwa katalizatory: kwas cytrynowy i kwas chlorowodorowy. Zestawiono wyniki otrzymane przez zespół Zakładu Procesów Rozdzielania Wydziału Inżynierii Chemicznej i Procesowej Politechniki Warszawskiej w ramach grantu NCN [No.2017/27/B/ST8/01382] wykonane w reaktorze zderzeniowym, do wyników otrzymanych w reaktorze półokresowym. Na podstawie wyników doświadczalnych zbadano kinetykę reakcji siarczku amonu z kwasem cytrynowym, która zachodzi równoległe do reakcji głównej. W pracy przedstawiono również prawdopodobny mechanizm reakcji syntezy disiarczku amonu.

### Mechanizm reakcji głównej

W pierwszej części pracy przedstawiono prawdopodobny mechanizm reakcji siarczku amonu z heptamolibdenianem amonu. W wyniku reakcji tych dwóch substancji, pod wpływem katalizatora powstaje disiarczek molibdenu. Opisany mechanizm poparto danymi analiz FITR i TGA.

### Porównanie katalizatorów

W tej części pracy skupiono się na analizie wyników pomiarów oraz wyborze odpowiedniego katalizatora dla reakcji głównej. Wykonywano doświadczenia w reaktorze półokresowym, kolejno z kwasem cytrynowym i kwasem chlorowodorowym. Następnie przy użyciu laserowych analizatorów rozkładu rozmiaru cząstek firmy Beckman Coulter określono rozkład wielkości cząstek. Otrzymywano w ten sposób średni rozmiar kryształów w zależności od stężenia molibdenu. Otrzymane wyniki porównano z wynikami wykonanymi przez w ramach grantu NCN [No.2017/27/B/ST8/01382] w reaktorze zderzeniowym i dokonano wyboru katalizatora.



Rys. 1 Schemat układu do prowadzenia reakcji w reaktorze półokresowym.

### Kinetyka reakcji zobojętniania

Reakcją inicjującą reakcję główną jest zobojętnianie siarczku amonu kwasem cytrynowym. W wyniku reakcji powstaje siarkowodór. Wykonano serię doświadczeń polegających na pomiarze spadku masy reaktora. Wyniki zebrano i korzystając z programu Matlab otrzymano przybliżone wartości stałej kinetycznej oraz wykładników potęgowych w równaniu kinetycznym.

### Wnioski

Lepszym katalizatorem okazał się kwas cytrynowy. Dlatego też kolejnym etapem było ustalenie kinetyki reakcji inicjującej reakcję główną zachodzącej właśnie z tym katalizatorem. Poznanie mechanizmu reakcji oraz dobór najlepszego katalizatora pozwolą w przyszłości na lepsze zaplanowanie kolejnych doświadczeń pozwalających na wybranie najlepszego sposobu wytwarzania cząstek pod względem ich zastosowania.