

# Praca dyplomowa inżynierska

## Badanie kinetyki procesu kondensacji aerożeli krzemionkowych syntezowanych dwuetapową metodą zol-żel

**Autor: Robert Przewodzki**

Nr albumu: 289307

Promotor: prof. uczelni dr hab. inż. Jakub Gac  
Opiekun pomocniczy: mgr inż. Nina Borzęcka

Rok akademicki: 2020/2021



### Wprowadzenie

Współcześnie nieustannie poszukiwane są materiały, które mogą usprawnić istotne procesy technologiczne. Olbrzymi potencjał wykazują aerożele, które pierwszy raz uzyskano w trzeciej dekadzie XX wieku i od tego czasu udoskonalano metody ich wytwarzania. Charakteryzują się m. in. dużą porowatością i powierzchnią właściwą oraz bardzo małą przewodnością cieplną, zatem mogą być wykorzystane jako nośniki katalizatorów, adsorbenty, a także jako izolatory termiczne.

### Cel i zakres pracy

Celem pracy jest zbadanie wpływu zawartości roztworów wodnych katalizatorów na przebieg reakcji kondensacji podczas dwuetapowej, kwasowo-zasadowej syntezy aerożeli krzemionkowych typu zol-żel. Zakres pracy obejmuje:

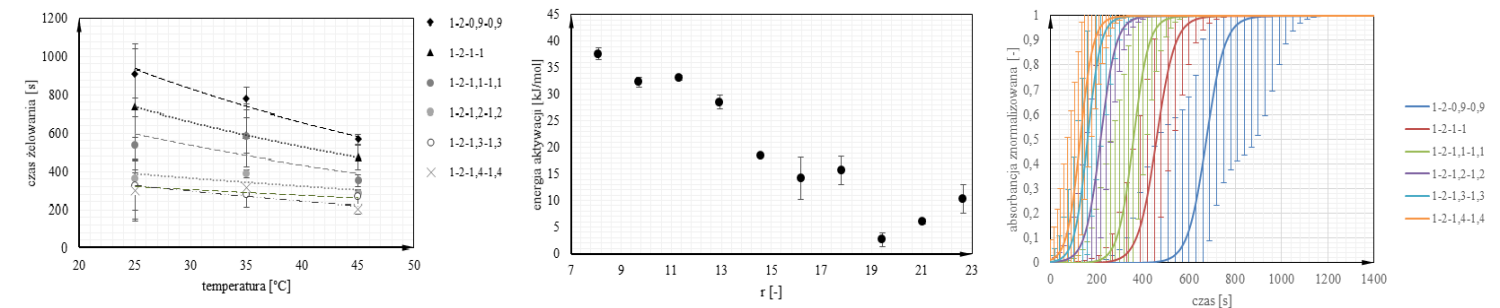
- Przegląd literatury dotyczącej rodzajów, właściwości oraz metod wytwarzania aerożeli.
- Pomiar czasu żelowania (dla różnych temperatur) dla próbek zawierających różne objętości katalizatorów kwasowego i zasadowego.
- Wyznaczenie stałych w równaniu Arrheniusa na podstawie zmierzonych czasów żelowania.
- Wyznaczanie kinetyki kondensacji w oparciu o pomiary zmian absorbancji w czasie żelowania (przyjmując założenie, że absorbancja jest proporcjonalna do masy kondensującego żelu).
- Obserwacje otrzymanych struktur pod mikroskopem elektronowym.
- Analizę otrzymanych wyników.

### Część teoretyczna

Omówiono budowę, właściwości oraz wszystkie etapy syntezy aerożeli (od doboru prekursora, przez reakcje hydrolizy oraz kondensacji aż do procesów starzenia oraz suszenia), a także wpływ różnych parametrów (temperatura, pH, katalizatory) oraz stosowanych technik doświadczalnych na strukturę otrzymywanego produktu. Najwięcej uwagi poświęcono mechanizmom i zjawiskom zachodzącym podczas kondensacji (żelowanie i jego kinetyka).

### Metodyka i Wyniki

Przygotowano próbki dla stałego stosunku objętościowego rozpuszczalnika (metanol) oraz prekursora (metylotrimetoksysilan), oraz różnych zawartości katalizatorów (kwas szczawiowy i amoniak). Część jednego z roztworów wykorzystywano do pomiaru zmian absorbancji w czasie za pomocą spektrometrii UV-Vis (do otrzymanych wyników dopasowywano funkcję logistyczną), natomiast pozostałe umieszczano w termostacie i mierzono czas potrzebny do uzyskania struktury zachowującej się jak ciało stałe. Otrzymane wyniki powiązano ze stałą szybkości reakcji i wykorzystano do wyznaczenia energii aktywacji oraz czynnika przedwykładniczego w równaniu Arrheniusa. Na koniec próbki poddano obserwacjom pod mikroskopem elektronowym w celu zbadania wpływu użytych proporcji na strukturę wewnętrzną aerożeli.



Rys.1. Zależności czasu żelowania od temperatury dla podanych proporcji (MTMS-metanol-kwas szczawiowy-amoniak, wykres po lewej), zależność energii aktywacji od stosunku ilości moli wody do ilości moli MTMS (wykres środkowy) oraz otrzymane krzywe kinetyki żelowania (wykres po prawej)

Zaobserwowano, że zależność czasu żelowania od temperatury można przybliżyć za pomocą funkcji wykładniczej, a wartość energii aktywacji zmniejsza się wraz ze zwiększeniem objętości użytych katalizatorów. W przypadku czynnika przedwykładniczego zauważono znacznie większy rozrzut wartości niż dla energii aktywacji. W przypadku pomiarów absorbancji zaobserwowano, że krzywa absorbancji ma kształt sigmoidalny i zwiększa swoje nachylenie wraz ze zwiększeniem objętości katalizatorów. Analiza SEM wykazała, że wraz ze zwiększeniem ilości katalizatorów do pewnego momentu zwiększają się rozmiary porów w aerożelu.

### Wnioski

W ramach niniejszej pracy wyznaczono energię aktywacji dla analizowanych próbek, oszacowano wartości czynnika przedwykładniczego w równaniu Arrheniusa, a także zaobserwowano wpływ katalizatorów na czas żelowania, kinetykę oraz strukturę aerożeli. Badania przysłużą się lepszemu zrozumieniu procesu kondensacji aerożeli oraz dokładniejszemu planowaniu syntez produktu o pożądanych właściwościach.