

# Praca dyplomowa inżynierska

## Badanie wpływu warunków procesowych na przebieg kondensacji i strukturę aerożelu wytwarzanego na bazie MTMS jednoetapową metodą zol-żel



**Autor: Aleksandra Kawałko**

Nr albumu: 283165

Promotor: prof. uczelni dr hab. inż. Jakub Gac  
Opiekun pomocniczy: mgr inż. Bartosz Nowak

Rok akademicki: 2020/2021

### Wprowadzenie

Aerożele to materiały charakteryzujące się dużą porowatością oraz powierzchnią właściwą, a przy tym wysoką izolacyjnością termiczną i małą gęstością. Metoda zol-żel pozwala na kontrolę warunków procesowych ich wytwarzania, co ma duży wpływ na właściwości produktu końcowego. W tej metodzie wyróżniamy podejście jedno- i dwuetapowe. W niniejszej pracy wykorzystano metodę zasadowej syntezy jednoetapowej, której przebieg różni się pod wieloma względami od częściej stosowanej metody dwuetapowej.

### Cel i zakres pracy

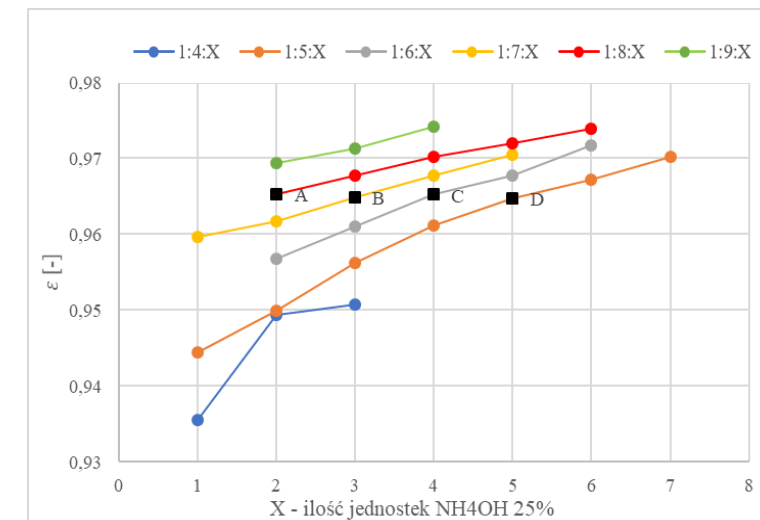
Celem niniejszej pracy było doświadczalne zbadanie wpływu warunków procesowych na przebieg kondensacji i strukturę aerożeli wytwarzanego na bazie MTMS jednoetapową, zasadową metodą zol-żel. Wykonano szereg syntez oraz przeprowadzono analizę wpływu pH oraz zmiany proporcji używanych reagentów na następujące parametry:

- Proces żelowania
- Skurcz objętościowy aerożelu
- Gęstość pozorną alkożelu
- Porowatość aerożelu.

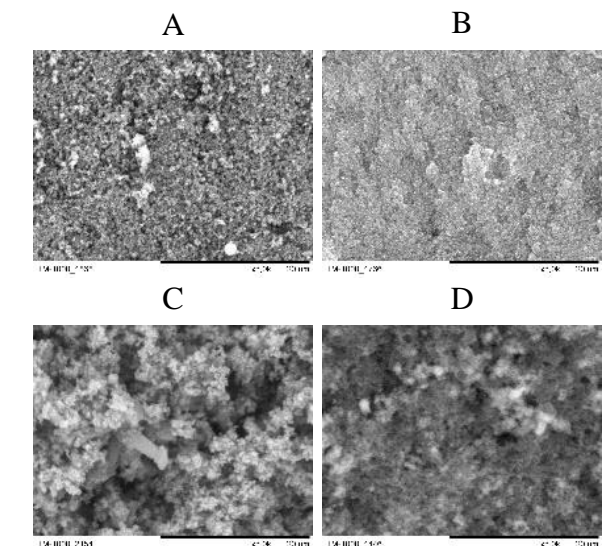
### Wnioski

- Możliwa jest synteza aerożelu na bazie MTMS metodą jednoetapową, zasadową, przy zastosowaniu dużego rozcieńczenia prekursora – dla stosunku molowego metanol/MTMS powyżej 30.
- Im większe stężenie prekursora tym mniejsza porowatość. Analogicznie im większe rozcieńczenie, tym mniejsza gęstość pozorną skondensowanego materiału. Stosunek objętościowy metanolu i roztworu amoniaku nie ma istotnego wpływu na porowatość materiału. Ma natomiast na końcową morfologię struktury wewnętrznej.
- Dla jednoetapowej zasadowej metody zol-żel istnieje minimalna granica pH poniżej, której roztwór nie żeluje w całej objętości (następuje makroskopowa separacja faz). Na podstawie dostępnej serii próbek określono ją na poziomie pH=11,73.
- Przy stosunku objętościowym MTMS do reszty składników wynoszącym około 1:13/1:14 dochodzi do makroskopowego rozdzielenia faz.
- Najmniejszy skurcz objętościowy uzyskano dla próbki o największym udziale MTMS. Im większa ilość wodnego roztworu amoniaku użyta w syntezie tym większy skurcz objętościowy.
- Rozszerzenie przedstawionych badań może posłużyć wyznaczeniu całkowitej binody dla układu, jak i przejścia pomiędzy mechanizmami kondensacji (spinoda).

### Porowatość i struktura

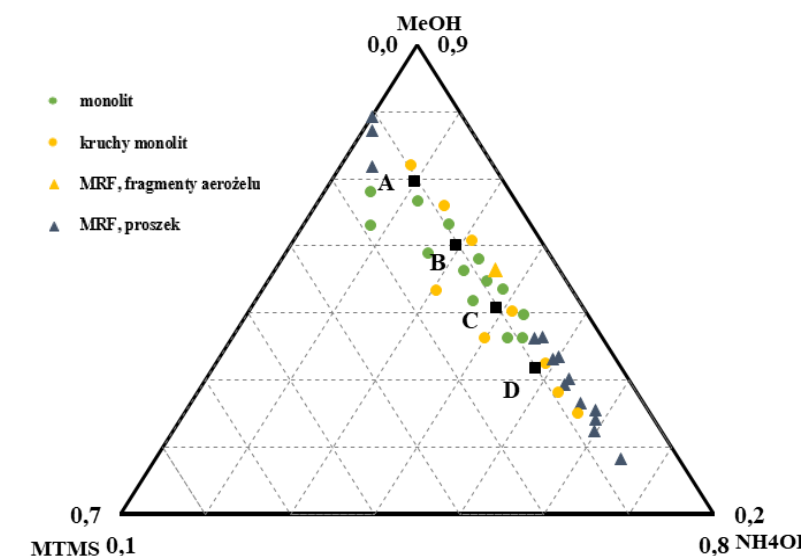


Rys. 1 Zależność wartości obliczonych pH od składu, oznaczonego według stosunków objętościowych poszczególnych reagentów odpowiednio MTMS:MeOH:NH<sub>4</sub>OH 25%

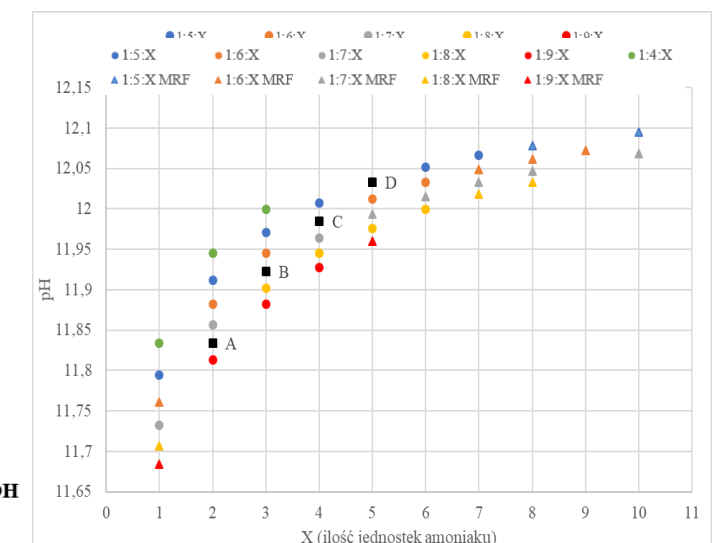


Rys. 2 Zdjęcia SEM próbek o zbliżonej porowatości stosunki objętościowe reagentów MTMS:MeOH:NH<sub>4</sub>OH 25% wynoszą odpowiednio – A 1:8:2, B 1:7:3, C 1:6:4, D 1:5:5.

### Wpływ pH i ilości użytych reagentów na formę otrzymanych aerożeli



Rys. 3 Wykres Gibbisa z oznaczeniem formy otrzymanych aerożeli



Rys. 4 Zależność pH i ilości reagentów od występowania makroskopowego rozdzielenia faz (MRF)