

Praca dyplomowa inżynierska

Badanie wpływu stężeń początkowych substratów na rozmiar nanokryształów MoS₂ produkowanych w reaktorze zderzeniowym



Autor: Katarzyna Zubańska

Nr albumu: 268731

Promotor: prof. nzw. dr hab. inż. Łukasz Makowski
Opiekun pomocniczy: mgr inż. Michał Wojtalik

Rok akademicki: 2017/2018

Wprowadzenie

Nanocząstki o pożądanych właściwościach są niezwykle istotne z punktu widzenia nauki czy przemysłu. Wynika to z ich szczególnych cech, które znacząco różnią się od własności cząstek tego samego materiału, ale o większych rozmiarach. Przykładem nanocząstek o szerokim zastosowaniu jest disiarczek molibdenu, który powszechnie stosowany jest jako smar. Dla właściwości lubrykacyjnych MoS₂ istotne są rozmiary i budowa jego cząstek. Opracowano kilka metod otrzymywania nanocząstek disiarczku molibdenu, jednak do tej pory przebieg precypitacji i kinetyka syntezy nie są dobrze poznane. Reaktory zderzeniowe zapewniają stopień wymieszania reagentów na poziomie molekularnym, co jest istotne w precypitacji cząstek stałych.

Cel i zakres pracy

Celem pracy jest zbadanie wpływu wybranych parametrów procesowych na rozmiar nanokryształów disiarczku molibdenu produkowanych w reaktorze zderzeniowym tj. początkowe stężenia reagentów i geometria reaktora, a także opracowanie odpowiednich procedur w zakresie eksperymentu i pomiaru. Do precypitacji nanocząstek produktu wykorzystano reakcję, w której substratami były siarczek amonu oraz heptamolibdenian amonu, a katalizatorem kwas cytrynowy. Ponadto reakcja została przeprowadzona na dwóch typach reaktorów zderzeniowych T i S.

Zakres pracy obejmuje:

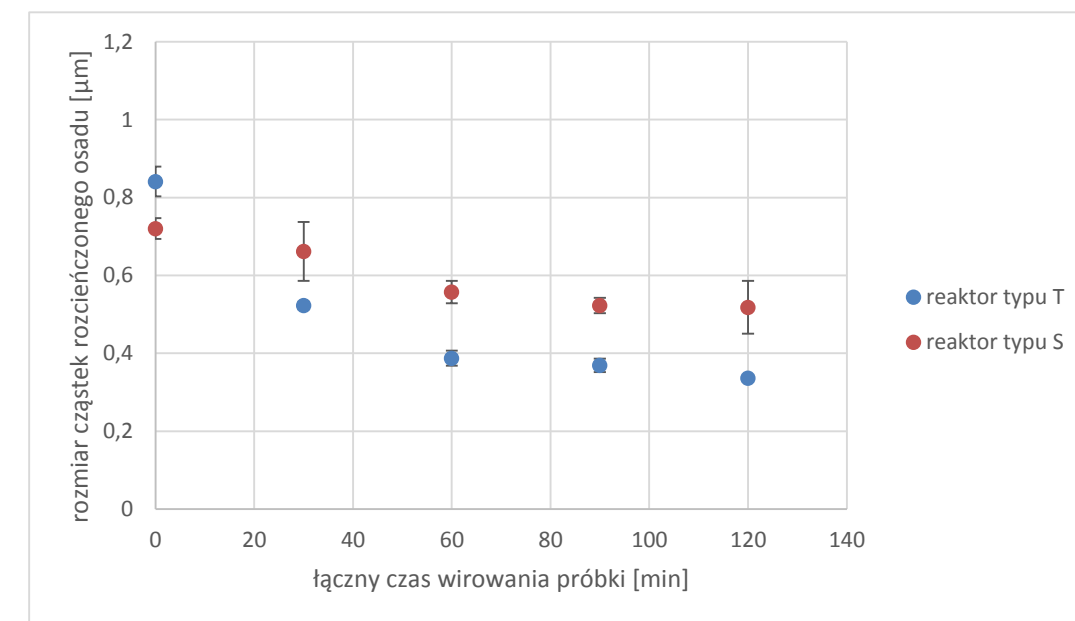
- charakterystykę reagentów i teoretycznego przebiegu reakcji,
- opis reaktorów zderzeniowych i ich możliwych zastosowań,
- podstawy fizyczne działania urządzeń pomiarowych,
- badania doświadczalne procesu precypitacji MoS₂ i analiza wyników.

Część teoretyczna

Część teoretyczna zawiera opis substratów i produktów reakcji syntezy wykonywanej w ramach niniejszej pracy inżynierskiej. Oprócz szczegółowej charakterystyki reaktorów zderzeniowych, opisano także wirowanie jako technikę laboratoryjną rozdzielania mieszaniny oraz techniki laserowe pomiaru rozmiaru cząstek.

Część doświadczalna

W celu realizacji tematu pracy dyplomowej badania rozmiaru nanocząstek MoS₂ wykonano na dwóch aparatach wykorzystujących laserowe techniki pomiaru cząstek: Zetasizer Nano-ZS firmy Malvern oraz LS 13 320 z modułem ULM firmy Beckman Coulter. Przeprowadzono pomiary produktu bezpośrednio po reakcji syntezy oraz po kolejnych wirowaniach i rozcieńczeniach, których celem było zminimalizowanie wpływu nieprzereagowanego kwasu cytrynowego na lepkość roztworu. Na Rys. 1 przedstawiono jeden z wykresów zależności rozmiaru cząstek od łącznego czasu wirowania próbki, który otrzymano w toku badań. Punkty pomiarowe stanowiły średnie średnice d₄₃.



Rys.1. Wykres zależności rozmiaru cząstek rozcieńczonego osadu w funkcji łącznego czasu wirowania próbki. Stężenie molibdenu w próbce wynosiło 0,2M, przepływ objętościowy substratów 40 ml/min oraz jako aparat pomiarowy wykorzystano Zetasizer Nano-ZS.

Wnioski

Na podstawie przeprowadzonych doświadczeń udowodniono, że obecność nieprzereagowanego kwasu cytrynowego w próbce wpływa na wynik pomiaru rozmiarów cząstek disiarczku molibdenu poprzez zwiększenie tendencji cząstek do agregacji. Fakt ten doprowadził do opracowania metody przygotowania próbek produktu z wykorzystaniem rozcieńczania odwirowanego osadu wodą ultraczystą.

W badanym zakresie stężeń większe cząstki MoS₂ powstały przy wyższym stężeniu substratów. Z pomiarów wykonanych na LS 13 320 wynika, że wraz ze wzrostem stężenia substratów powstaje więcej cząstek o dużym rozmiarze oraz nie został wykazany wyraźny wpływ geometrii reaktora zderzeniowego na rozmiar cząstek. W przypadku pomiarów na Zetasizer Nano-ZS i próbek o wyższym stężeniu molibdenu wykazano różnice wynikające z zastosowanego typu reaktora.