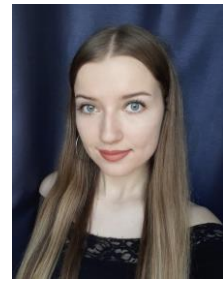


Praca dyplomowa inżynierska

Wpływ liczby grup metylowych na morfologię i kinetykę kondensacji aerożelu krzemooorganicznego



Autor: Paulina Witalewska

Nr albumu: 306889

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

Rok akademicki: 2022/2023

Wprowadzenie

Ciągły rozwój technologiczny jest motorem badań nad nowymi materiałami oraz udoskonalaniem istniejących tak, aby ich właściwości mechaniczne mogły sprostać nowym wymaganiom. W ostatnich latach materiałem przyciągającym uwagę wielu naukowców stały się aerożele wynalezione przez Kistlera (1931). Szczególne zainteresowanie wzbudzają aerożele na bazie krzemionki, gdyż cechują się one wysoką porowatością (max. 99,8%), niską gęstością (nawet $0,003 \text{ g/cm}^3$), dużą powierzchnią właściwą (do $1600 \text{ m}^2/\text{g}$) oraz niską przewodnością cieplną (około $0,01 \text{ W/(m}\cdot\text{K)}$).

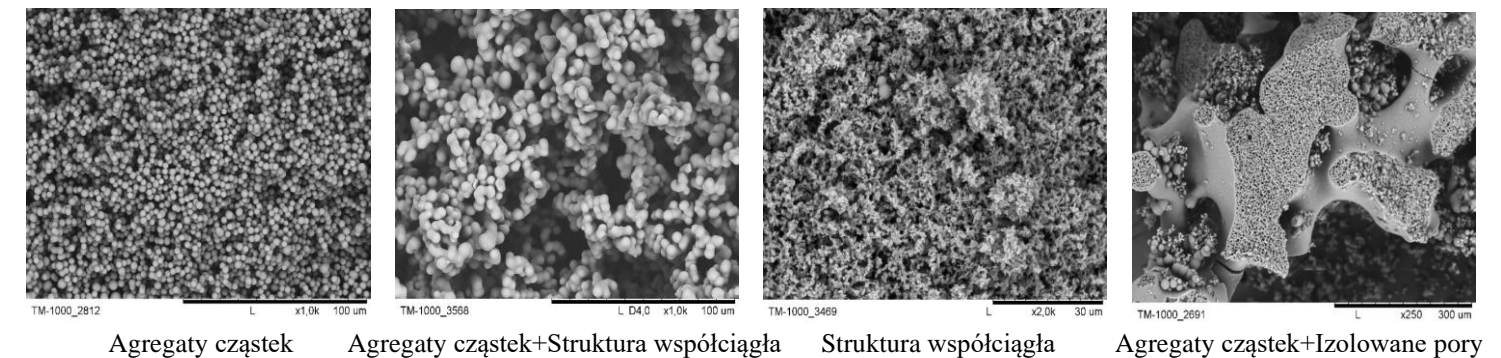
W niniejszej pracy opisano wpływ początkowego składu chemicznego mieszaniny reakcyjnej służącej do syntezy aerożeli na bazie mieszaniny koprekursorów krzemooorganicznych: metylotrimetoksylanu (MTMS) i dimetylodimetoksylanu (DMDMS) na kinetykę kondensacji oraz właściwości końcowej struktury (morfologię, porowatość, skurcz objętościowy).

Cel i zakres pracy

Celem niniejszej pracy doświadczalnej jest przebadanie wpływu ilości grup metylowych w mieszaninie koprekursorów na morfologię i kinetykę kondensacji aerożelu krzemooorganicznego. Badania laboratoryjne obejmują syntezę aerożelu na bazie mieszaniny koprekursorów MTMS i DMDMS (o różnych stosunkach objętościowych) metodą dwuetapową, kwasowo-zasadową, a następnie jego wysuszenie pod ciśnieniem atmosferycznym i zważenie oraz zmierzenie wymiarów aerożelu, pozwalające na określenie właściwości strukturalnych, takich jak porowatość, gęstość pozorna oraz skurcz objętościowy i ostatecznie prześledzenie zmienności tych właściwości na trójkącie Gibbsa. W celu analizy mechanizmu mikroskopowego rozdziału faz, próbki aerożelu poddaje się badaniu morfologii przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego, a uzyskane wyniki pozwalają na prześledzenie zakresów różnych mechanizmów kondensacji. W zakres pracy doświadczalnej wchodzi także wyznaczenie kinetyki kondensacji z wykorzystaniem spektrofotometru UV-Vis, polegające na analizie otrzymanej w badaniu spektrofotometrycznym zależności absorbancji kondensującej próbki od czasu reakcji.

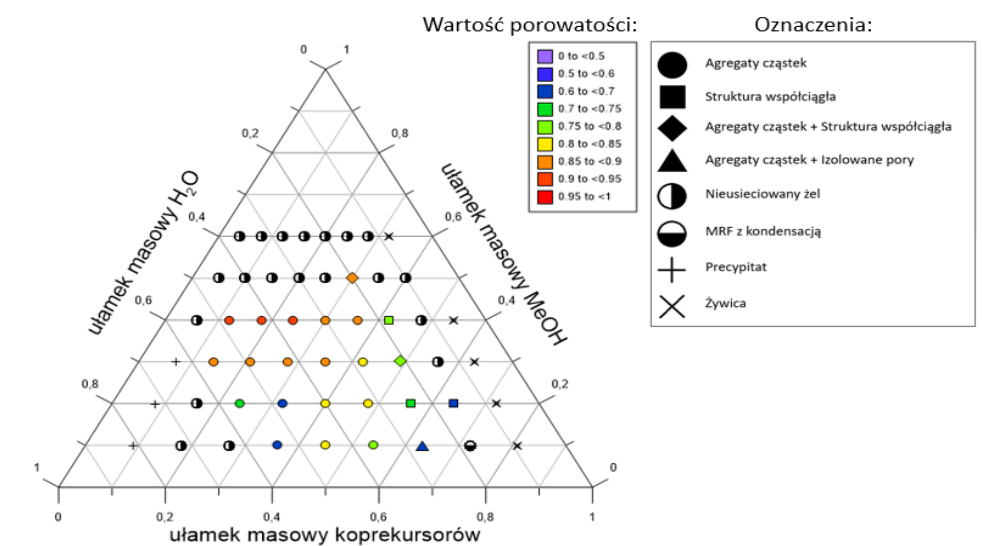
Wyniki badań

W wyniku syntezy próbek różniących się stosunkami masowymi składników otrzymano nie tylko monolity aerożelu, ale także precypitaty, żywice i próbki z makroskopowym rozdzieleniem faz (MRF). Wszystkie struktury zaznaczono na odpowiednich diagramach trójskładnikowych (w zależności od badanego układu: Koprekursory-MeOH-Woda lub MTMS-DMDMS-Woda) i wyznaczono przebieg binody. Przebieg spinody można było wyznaczyć dzięki znajomości mikrostruktury widocznej na zdjęciach SEM. Przykładowe mikrostruktury uzyskane w układzie Koprekursory-MeOH-Woda ze stosunkiem MTMS:DMDMS wynoszącym 4:1 zaprezentowano na rysunku 1.



Rys.1. Przykładowe mikrostruktury otrzymane w wyniku badań

Na podstawie znajomości masy i objętości próbek monolitycznych obliczono i przedstawiono na wykresach wartości porowatości alkożelu i aerożelu oraz skurczu objętościowego. Przykładowy diagram pozwalający na prześledzenie zmienności wartości jednej z właściwości dla różnych ułamków masowych poszczególnych składników przedstawia rysunek 2.



Rys.2. Wykres Gibbsa dla układu Koprekursory-MeOH-Woda ze stosunkiem MTMS:DMDMS 4:1 z zaznaczeniem struktur i wartości porowatości aerożelu

Wnioski

Wyniki przeprowadzonych badań i obliczeń pozwoliły zaobserwować pewne istotne zależności i uzyskać informacje na temat wpływu ilości grup metylowych na kinetykę kondensacji i morfologię aerożelu krzemooorganicznego. Zauważono, że większa ilość grup metylowych (większy udział koprekursora DMDMS w stosunku do MTMS) zmniejsza zakres kondensacji i częściej prowadzi do makroskopowego rozdzielenia faz. Aerożele o większym udziale DMDMS cechowały się także niższymi wartościami porowatości niż monolity o mniejszym udziale tego prekursora. Użycie do syntezy mieszaniny koprekursorów i zbyt małej ilości środka powierzchniowo czynnego poskutkowało wystąpieniem aerożeli o więcej niż jednej mikrostrukturze, co świadczy o nierównomiernej kondensacji. Na podstawie wyników badań kinetyki stwierdzono, że czas żelowania dla próbek o równym ułamku masowym metanolu rośnie wraz ze wzrostem udziału koprekursorów względem wody w mieszaninie wyjściowej.