

# WPŁYW SPOSOBU WYTWARZANIA AEROZOLU NA WIELKOŚĆ POWIERZCHNI WŁAŚCIWEJ NANOKOMPOZYTÓW PROSZKOWYCH C/SiC Z METODY AEROZOLOWEJ

Cezary Czosnek,\* Mariusz Drygaś, Jerzy F. Janik

Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Energetyki i Paliw, Al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków

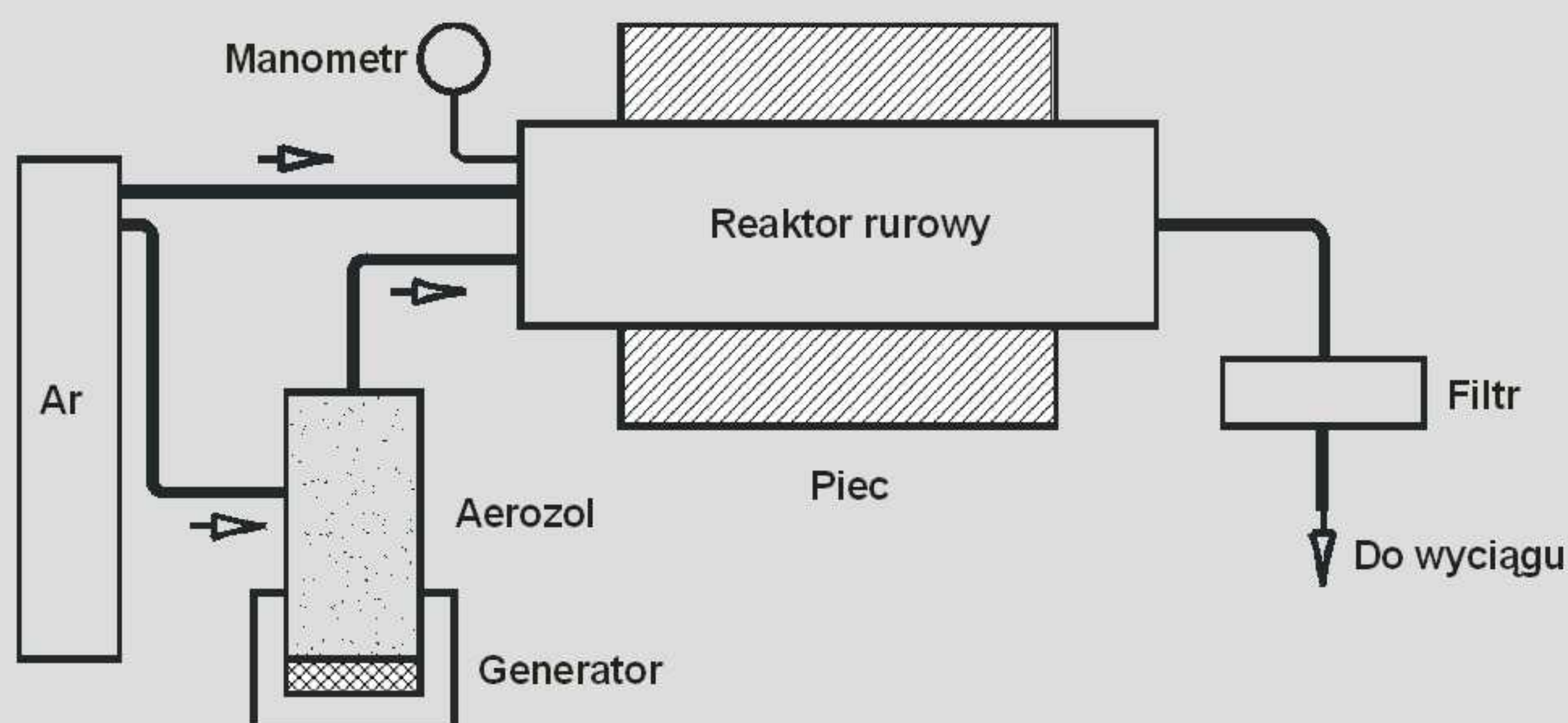
\*E-mail: czosnek@agh.edu.pl

## WSTĘP

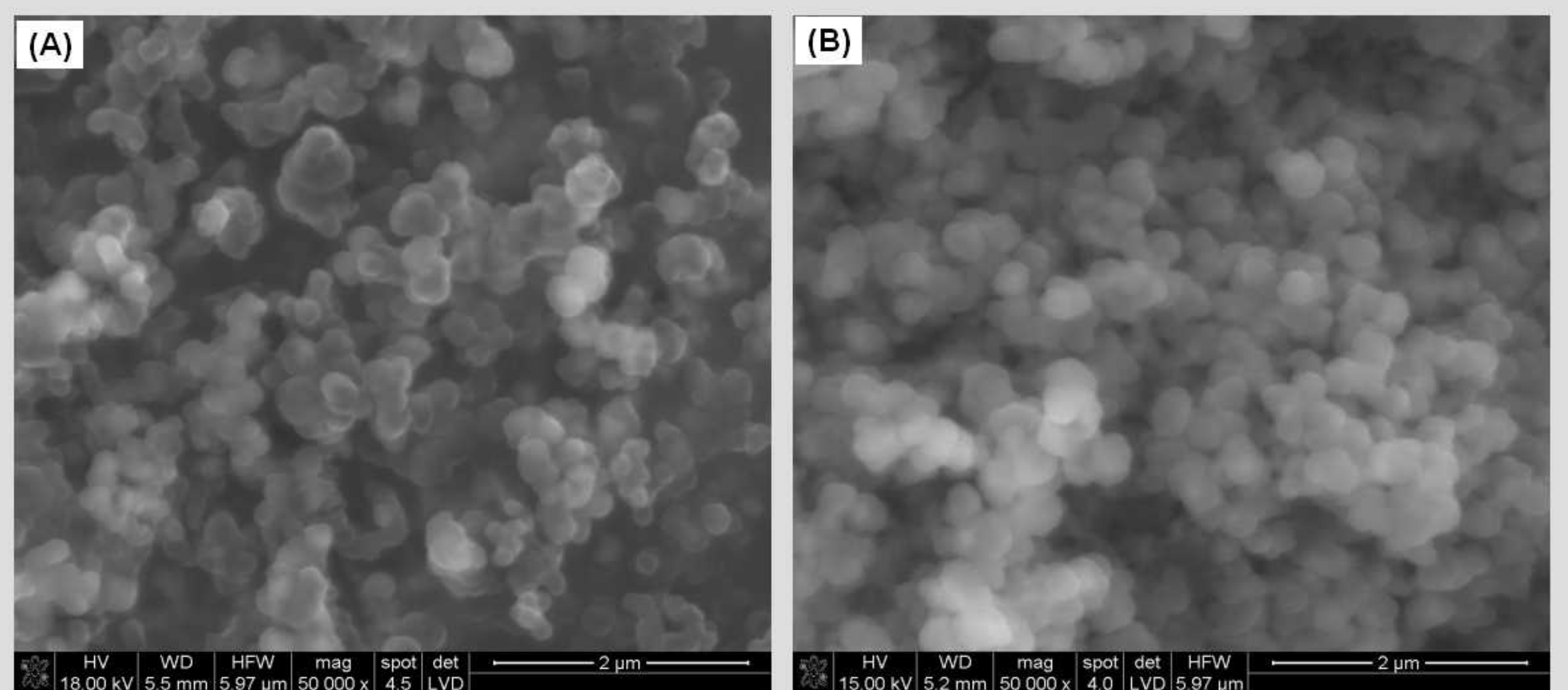
Kompozytowe materiały typu C/SiC z uwagi na korzystną synergię właściwości rozważane są do szeregu zastosowań we współczesnych technologiach. Dotyczy to zarówno materiałów o zwartej budowie jak też materiałów o charakterze piankowym, czy porowatych. Zwłaszcza w przypadku tych ostatnich, do zastosowań w procesach katalitycznych istotne są właściwości powierzchniowo-sorpcyjne. Materiały takie można wytwarzać m.in. na drodze dwustopniowej syntezy aerozolowej z niektórych ciekłych związków krzemooorganicznych. Uzyskane w ten sposób produkty charakteryzują się zwykle sferyczną morfologią nieco zaglomerowanych cząstek o rozmiarach krystalitów w zakresie nanometrowym. Możliwe jest kontrolowanie składu kompozytu C/SiC poprzez dobór prekursora/rozpuszczalnika jak i warunków eksperymentalnych syntezy.

Przedstawiono tutaj wyniki badań, dotyczących otrzymywania grupy nanokompozytów C/SiC o sferycznej morfologii cząstek, wytworzonych z łatwo dostępnych, ciekłych prekursorów krzemooorganicznych przy użyciu różnych typów generatorów aerozolu i omówiono je głównie w aspekcie zmian powierzchni właściwej BET, wyznaczonych z niskotemperaturowej adsorpcji azotu.

## WYNIKI BADAŃ SEM ORAZ POWIERZCHNI WŁAŚCIWEJ BET

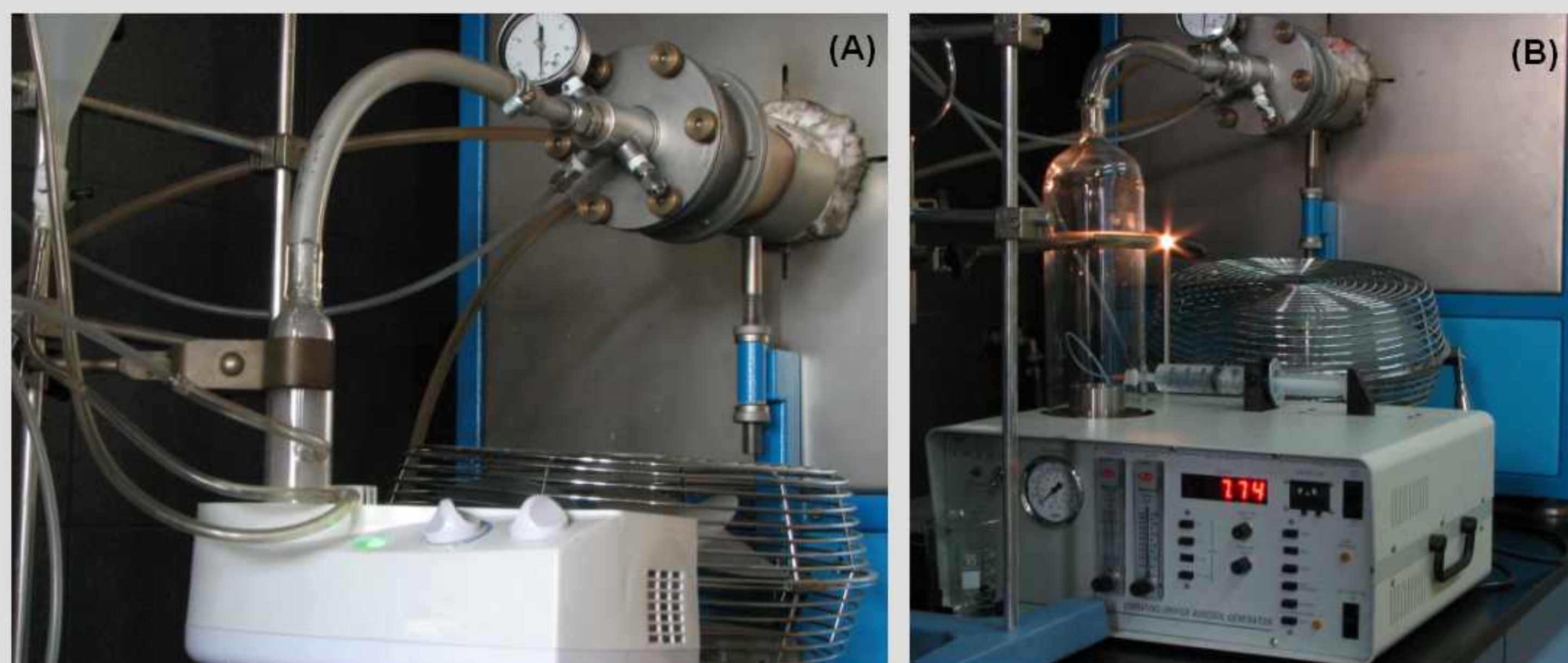


Schemat aparatury do wytwarzania proszków metodą aerozolową



Przykładowe obrazy SEM proszków otrzymanych z TEOS przy użyciu obu zastosowanych metod generacji aerozolu, po dodatkowym etapie pirolizy w temp. 1650 °C/Ar.

Wyjściowa sferyczna morfologia cząstek po pierwszym etapie zostaje zachowana. Obserwuje się wyraźne zróżnicowanie rozmiarów cząstek wytworzonych przy użyciu generatora polidispersyjnego, które są również w znacznej mierze zdeformowane i zaglomerowane (A). Proszki uzyskane z mgły wytworzonej w generatorze monodispersyjnym charakteryzują się kulistymi cząstkami o zbliżonych rozmiarach (B).



(A) – ultradźwiękowy generator polidispersyjny; (B) – generator monodispersyjny

## PREKURSORY

Krzemooorganiczne związki ciekłe o niskiej lepkości w temperaturze pokojowej:

- heksametylodisiloksan  $[(CH_3)_3Si]_2O$  – HMDS
- tetraetoksylan  $Si(OCH_2CH_3)_4$  – TEOS

## SYNTEZA

Etap pierwszy – generacja proszków surowych:

wytworzony w generatorze w temperaturze otoczenia aerozol transportowany był w strumieniu obojętnego gazu (Ar) do rurowego reaktora ceramicznego, nagrzanego do odpowiedniej temperatury, a uzyskane produkty proszkowe zbierano na filtrze u wylotu reaktora. W przedstawionej pracy do otrzymywania mgły aerozolowej zastosowano dwa typy generatorów: prosty ultradźwiękowy generator polidispersyjny (A) i monodispersyjny generator firmy TSI, model VOAG 3054 (B).

Etap drugi – dodatkowa piroliza:

surowy proszek z pierwszego etapu poddano dodatkowej pirolizie w temp. 1650 °C/Ar celem dokończenia przemian chemicznych. Następowo wtedy usunięcie resztek tlenu z układu na drodze karbotermicznej redukcji. Skład kompozytu ustalany był z badań analitycznych i spektroskopowych.

Powierzchnie  $S_{BET}$  dla proszków po drugim etapie syntezy aerozolowej otrzymanych przy użyciu różnych generatorów aerozolu.

Próbka <sup>*)</sup>	Powierzchnia, $S_{BET}$ [m <sup>2</sup> /g]	
	Generator polidispersyjny	Generator monodispersyjny
HDMS (1200)	32,8	97,7
HDMS (1400)	32,5	52,6
TEOS (1200)	50,9	110,9

<sup>\*)</sup> - w nawiasie podano temperaturę pierwszego etapu generacji proszków

## WNIOSKI

Dwuetałowa synteza aerozolowa umożliwiła w przypadku obydwu generatorów otrzymanie nanokompozytów proszkowych C/SiC, a typ zastosowanego generatora miał wpływ na morfologię cząstek. Proszki uzyskane przy użyciu generatora polidispersyjnego zawierały znaczną ilość zaglomerowanych cząstek kulistych o zróżnicowanych rozmiarach. Kuliste cząstki z generatora monodispersyjnego ulegały spiekaniu w mniejszym stopniu.

Proszki po drugim etapie syntezy wytworzone z użyciem generatora polidispersyjnego charakteryzowały się prawie dwu- lub trzykrotnie mniejszą powierzchnią  $S_{BET}$  niż analogiczne proszki otrzymane z użyciem generatora monodispersyjnego. Tę obserwację można wiązać z większą podatnością na spiekanie proszku polidispersyjnego już podczas pierwszego etapu syntezy.

Mniejsze różnice wielkości powierzchni  $S_{BET}$  proszków otrzymanych z HMDS z obydwu metod generacji aerozolu obserwuje się w przypadku, kiedy temperatura pierwszego etapu syntezy wynosiła 1400 °C. Wyjaśnić to można tym, że wyjściowe proszki z tej temperatury zawierają już nanokrystaliczny SiC (potwierdziły to badania XRD), zaś dodatkowa piroliza w drugim etapie syntezy w 1650 °C sprzyja wzrostowi krystalitów, a więc i zmniejszaniu się powierzchni; zjawisko to ma większą dynamikę dla proszku z generatora monodispersyjnego.