



**Wydział Chemii**  
**Uniwersytet Warszawski**

**Raport końcowy – kamienie  
milowe (KM) zadania 1.2**

za okres: 01.07.2009 - 31.03.2012

**Zadanie 1.2**

**Opracowanie technologii nanowłókien SiC dla nowej generacji czujnika wodoru i jego związków**

Zespół w składzie:

Dr hab. inż. Andrzej Huczko  
Prof. dr hab. Hubert Lange  
Dr Michał Bystrzejewski

Doktoranci:

- Mgr Agnieszka Dąbrowska
- Mgr Michał Soszyński
- Mgr Magdalena Kurcz



## **Spis treści:**

- 1. Wstęp**
- 2. KM6. Założenia konstrukcyjne i modernizacja bomby kalorymetrycznej do syntezy nanowłókien SiC.**
- 3. KM12. Przeprowadzenie wstępnych procesów syntezy po modernizacji bomby kalorymetrycznej.**
- 4. KM18. Weryfikacja założeń technologicznych i konstrukcyjnych bomby kalorymetrycznej do wytwarzania nanowłókien SiC.**
- 5. KM24. Optymalizacja procesów technologicznych i konstrukcyjnych dla syntezy SiC.**
- 6. KM36. Opracowanie instrukcji technologicznej dla procesu syntezy nanowłókien SiC. Sprawozdanie końcowe z realizacji zadania.**

## 1. Wstęp

Celem zadania było otrzymanie (na drodze optymalizacyjnej syntezy spaleniowej) nanowłókien węgla krzemu (NWSiC), ich izolacja, oczyszczenie oraz charakteryzacja. Otrzymane nanowłókna węgla krzemu stanowią, po sprasowaniu i spieczeniu, alternatywne podłoże do osadzania czułych na wodór warstw węglowo-palladowych.

## 2. KM6. Założenia konstrukcyjne i modernizacja bomby kalorymetrycznej do syntezy nanowłókien SiC

Do syntezy spaleniowej NWSiC wykorzystywano komercyjną bombę kalorymetryczną. W celu dostosowania do specyfiki reakcji spaleniowej wykonano jej modernizację (rys. 1), która objęła następujące etapy:

- Wyposażenie bomby w okienko obserwacyjne wykonane z poliwęglanu, które umożliwiło monitorowanie procesu spalania oraz rejestrację emitowanego promieniowania świetlnego.
- Adaptacja linii gazowej umożliwiająca kontrolę ciśnienia wprowadzanego gazu oraz odczyt przebiegu zmian ciśnienia w trakcie reakcji.
- Dobór elementu oporowego do inicjacji reakcji

Układ reakcyjny dostosowany był do ciśnień spalania nie przekraczających 100 atm.



Rys. 1 Zmodyfikowana bomba kalorymetryczna

### **3. KM12. Przeprowadzenie wstępnych procesów syntezy po modernizacji bomby kalorymetrycznej**

Przeprowadzono rozpoznawcze procesy spalania mieszanin proszkowych Si – Teflon (m.in. zmiana składu reagentów, zmiana rodzaju atmosfery spalania, zmiana ciśnienia początkowego...). Wykazały one niezawodność działania zmodyfikowanej bomby, powtarzalność eksperymentalną oraz powstawanie NWSiC w stałych produktach reakcji.

### **4. KM18. Weryfikacja założeń technologicznych i konstrukcyjnych bomby kalorymetrycznej do wytwarzania nanowłókien SiC**

Określono eksperymentalnie zakres zmiennych parametrów procesowych, które z jednej strony wpływają na efektywność procesy syntezy NWSiC, zaś z drugiej gwarantują bezawaryjną i bezpieczną pracę reaktora.

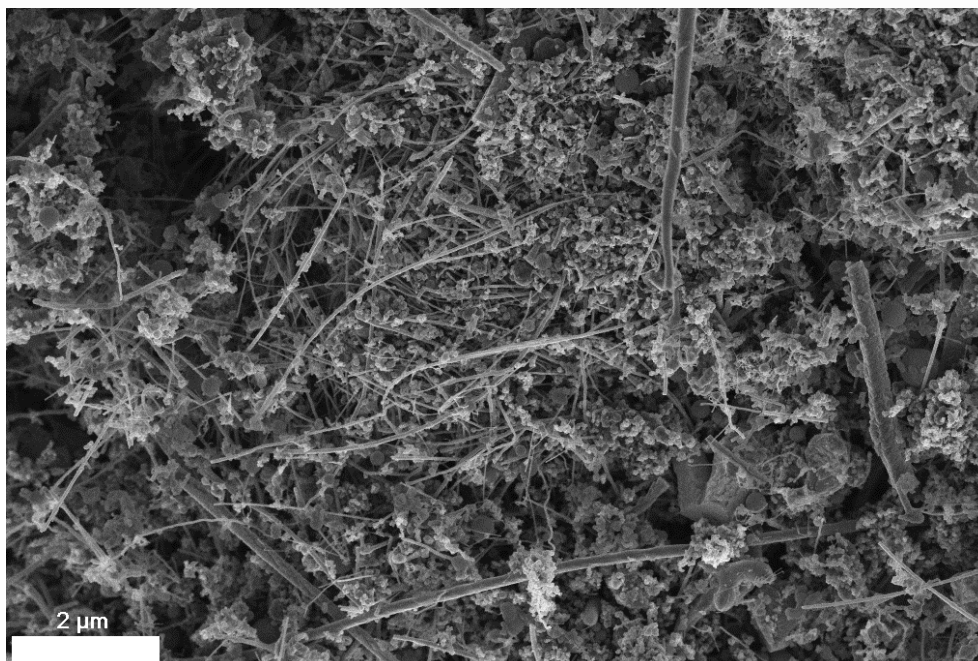
## **5. KM24. Optymalizacja procesów technologicznych i konstrukcyjnych dla syntezy SiC**

Przeprowadzono obszerne badania optymalizacyjne efektywności syntezy spaleniowej NWSiC. Objęły one zmianę w szerokim zakresie następujących parametrów procesowych, przede wszystkim:

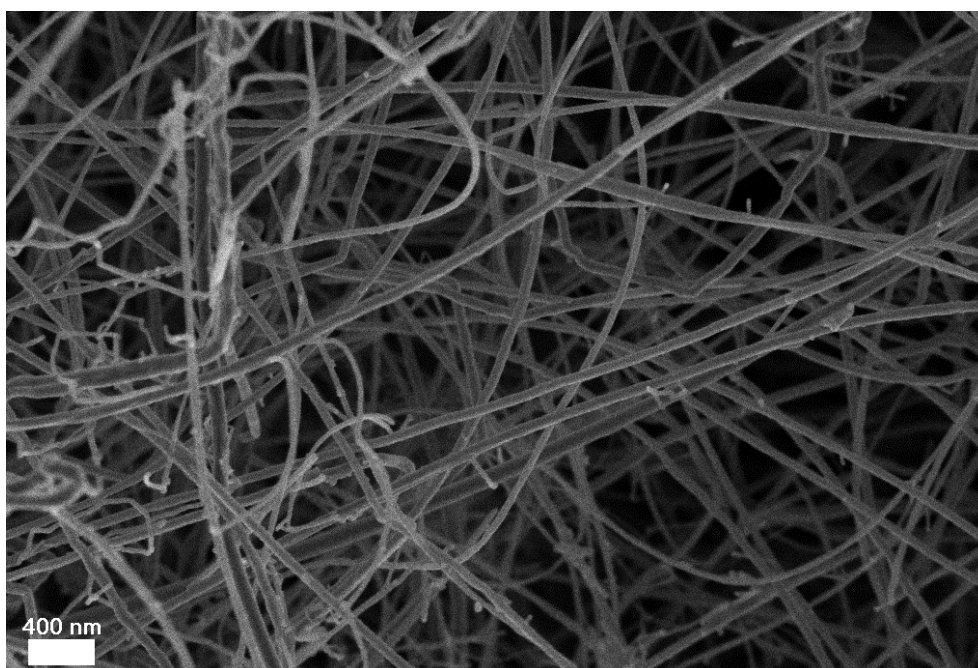
- Stosunek krzemu do Teflonu w mieszaninie substratów
- Masa substratów
- Alternatywny (w stosunku do mieszaniny Si - Teflon) wybór utleniacza i reduktora
- Ciśnienie początkowe procesu spalania
- Rodzaj atmosfery spalania
- Rodzaj elementu oporowego

Badania te umożliwiły określenie optymalnych warunków syntezy spaleniowej NWSiC oraz uzyskanie możliwie najwyższego stopnia przereagowania wyjściowego krzemu do krzemu zawartego w NWSiC.

Opracowano trzystopniową procedurę wydzielenia czystych NWSiC ze stałych produktów reakcji na drodze „mokrej chemii” (rys. 2 i 3).



Rys. 2. Zdjęcie mikroskopowe (SEM) produktów reakcji



Rys. 3. Zdjęcie mikroskopowe (SEM) czystych nanowłókien SiC

Otrzymane czyste nanowłókna węgla krzemu poddano procesowi wysokotemperaturowego spiekania w celu uzyskania podłoża dla warstw węglowo-palladowych.

W ramach badań optymalizacyjno – mechanistycznych zrealizowano również następujące zadania:

- Diagnostyka spektralna emitowanego światła (określenie temperatury reakcji)
- Analiza składu gazowych produktów reakcji
- Wykonanie bilansu materiałowego procesu

## **6. KM36. Opracowanie instrukcji technologicznej dla procesu syntezy nanowłókien SiC. Sprawozdanie końcowe z realizacji zadania**

Przygotowana instrukcja technologiczna obejmowała dwa etapy syntezy nanowłókien SiC:

### **Czynności przygotowawcze:**

- sprawdzenie czystości wnętrza reaktora
- sprawdzenie zawartości butli z gazami
- sprawdzenie szczelności reaktora, a w szczególności stopnia przezroczystości okienka wziernikowego
- odważenie i umieszczenie mieszaniny substratów w tygielku
- umieszczenie w wierzchniej warstwie reagentów drutu oporowego

- sprawdzenie zamknięcia obwodu elektrycznego układu inicjacji procesu spalania
- umieszczenie wewnętrznego układu przewodnic reaktora wraz z reagentami w jego środku i zamknięciu reaktora, pamiętając o zastosowaniu jego wewnętrznego wyłożenia grafitowego.

### **Przeprowadzenie syntezy i wydzielenie czystych nanowłókien węgla krzemu:**

- Kontrola stanu technicznego reaktora:
  - sprawdzenie szczelności
  - sprawdzenie obwodu elektrycznego
- Umieszczenie w tyglu grafitowym lub kwarcowym sproszkowanych reagentów
- Umieszczenie w obrębie reagentów oporowego elementu inicjującego reakcję
- Trzykrotne napełnianie/opróżnianie reaktora w celu przepłukania gazem, w którym będzie prowadzona reakcja
- Przygotowany do spalania reaktor wstawiany jest pod wyciąg, w osłonie z plexi. Dokonywana jest inicjacja reakcji, której towarzyszy nagły skok ciśnienia, sięgający nawet kilkudziesięciu atmosfer.
- Po ochłodzeniu dokonywany jest odczyt ciśnienia końcowego.
- Trzykrotne płukanie reaktora gazem obojętnym.
- Otwarcie reaktora i ilościowe zebranie stałych produktów z jego wnętrza, a także pozostałości z tygla, w którym znajdowały się reagenty.
- Zebrane produkty są ważone i jeśli zachodzi taka potrzeba - homogenizowane.
- Zebrane produkty poddawano są różnorodnym analizom fizykochemicznym:





- SEM
- TEM
- XRD
- Raman
- analiza chemiczna
- Oczyszczanie/izolacja czystych NWSiC kolejno poprzez ilościowe:
  - gotowanie w stężonym roztworze KOH w celu usunięcia nieprzereagowanego krzemu oraz powstałej krzemionki
  - usunięcie sadzy poprzez wypalanie w piecu pozostałości
  - pozostałość zawiera czyste nanowłókna SiC.

**Sprawozdanie końcowe z realizacji zadania przygotowane i złożone zgodnie z harmonogramem.**