

REAKTORY MIKROSTRUKTURALNE W INŻYNIERII NANOMATERIAŁÓW I KONSERWACJI ZABYTKÓW

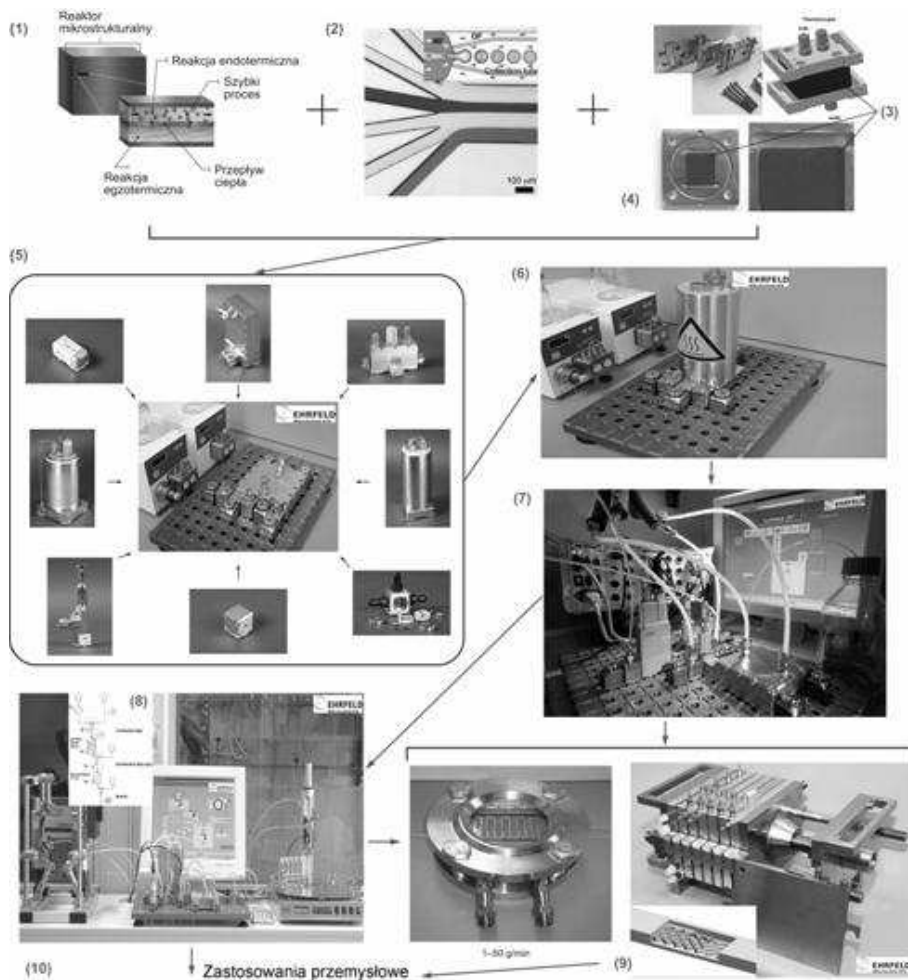
Zbigniew NAJZAREK, Waldemar KRAJEWSKI, Janusz PAJĄK
Politechnika Opolska, Opole

1. Wprowadzenie, cel i zakres pracy

Znane mikroreaktory umożliwiły kontrolę wymiany ciepła i masy, a także optymalizację konwersji reagentów w procesach prowadzonych w mikrofluidalnych kanałach o sub-milimetrycznych średnicach. W rezultacie, mikroreaktory umożliwiły osiągnięcie nowej jakości w badaniach tych procesów, selekcji uzyskiwanych wyników i zastosowaniach tak wyselekcjonowanych produktów [1]. Jednakże trudno dostępne kanały mikrofluidalne łatwo zatykają się podczas przepływu stałych mikro-cząstek. Z drugiej strony, procesy w ciekłym środowisku z udziałem mikro-cząstek i kapilarno-porowatej matrycy odpowiadają za powstawanie i właściwości stałych materiałów stosowanych w szybko rosnącym zakresie. Procesy te bada się obecnie intensywnie lecz konwencjonalnie, to znaczy średnio 10^6 razy wolniej w porównaniu z podobnymi badaniami w mikroreaktorach. Ponadto, impregnacja kapilarno-porowatych materiałów zawiesinami nanostруктурalnych mikro-cząstek, stosowana obecnie także w procesach renowacji i konserwacji zabytków kulturalnych [2], wymaga optymalizacji – przez poznanie mechanizmu nieoczekiwanie większej niż konwencjonalnych jonów reaktywności nanocząstek w kapilarach stałego nośnika oraz kontrolę przepływu mikro/nanocząstek i elektrolitów przez kapilarno porowate materiały – której nie przeprowadzono dotychczas metodami konwencjonalnymi. Dlatego, dla efektywnego badania procesów mikro- i nanocząstek w środowisku kapilarno-porowatego materiału, w niniejszej pracy wprowadzono reaktor mikrostrukturalny składający się z łatwo wymienialnych, funkcjonalnych modułów z łatwo dostępnymi kanałami o centymetrowej średnicy połączonych z modułem, w którym prowadzi się badany proces. Moduł ten zawiera komorę roboczą wypełnioną łatwo wymienialną matrycą o centymetrycznych wymiarach wykonaną z materiału kapilarno-porowatego. Strukturę tej matrycy dostosowuje się do wymogów prowadzonego procesu. Natomiast parametry tego procesu kontroluje się bezpośrednio w strukturze kapilarno-porowatego materiału analogicznie jak w powyższym systemie mikrofluidalnych kanałów. W niniejszej pracy przedstawiono ponadto możliwość bezpośredniego połączenie wprowadzanego reaktora mikrostrukturalnego z przedstawionym poprzednio młynem fluidalnym [3]. Młyn ten wytwarza strumień zawiesiny submikro- i nanocząstek, którą można zasilać reaktor mikrostrukturalny. Przykładowo, przeprowadzono syntezę zawiesiny sub-mikronowych cząstek wodorotlenku magnezu, stosowanego w tej postaci do konserwacji zabytków kulturalnych [2].

2. Reaktory mikrostrukturalne

Na podstawie przeglądu dostępnych prac w zakresie stanu techniki mikroreaktorowej wybrano rozwiązania przeciwstawne do wprowadzanego w tej pracy nowego reaktora mikrostrukturalnego. Rozwiązania te obejmują (i) modułowy system mikro-elektromechaniczny (MEMS): wykonany ze stali konstrukcyjnej, wielofunkcyjny, mikrofluidalny, konfigurowany elastycznie w zależności od celu badań. Dodatkową zaletą tego systemu jest możliwość płynnego zwiększania skali prowadzonych procesów, od mikroskali badawczej do małotonażowej skali produkcyjnej [1]. Ponadto, wybrano (ii) opublikowane ostatnio rozwiązanie, w którym wkład mikrofabrykowany z wertykalnie zorientowanych nanorurek węglowych umieszczono w kanale o centymetrowym przekroju, wyprofilowanym w stali konstrukcyjnej [4]. Ten przeciwstawny, znany stan techniki przedstawiono na rysunku 1.



Rys. 1 Przeglądowy schemat reaktora typu MEMS z komorą wypełnioną wkładem nanostrukturalnym; od przepływów mikrofluidalnych do zastosowań przemysłowych
 Fig. 1 A flow-sheet of the MEMS type reactor with a process chamber filled with a nanostructured carpet; from microfluidic flows to industrial applications

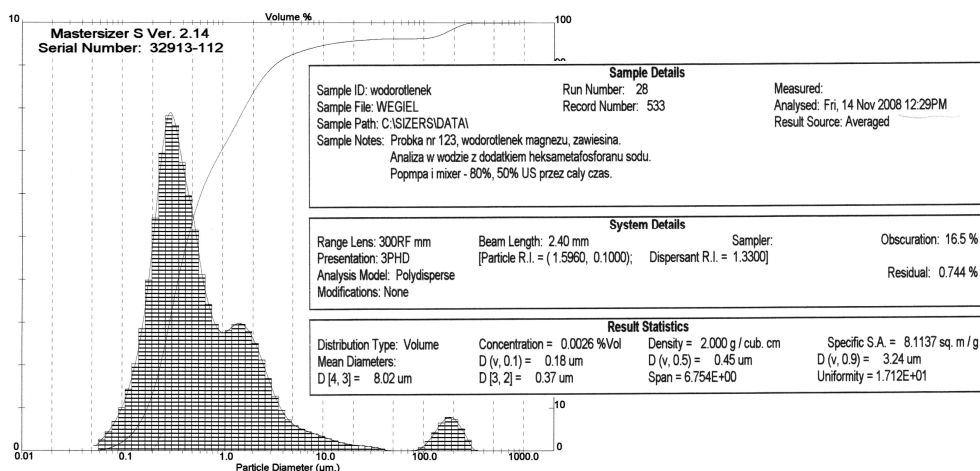
- Kontrolowane, szybkie, sprzężone procesy wymiany ciepła i masy oraz intensywnej konwersji (1) w przepływach mikrofluidalnych o regulowanej strukturze (2) [1]. Przepływ poprzez wkład z wertykalnie zorientowanych nanorurek węglowych (3) umieszczony w kanale o centymetrowym przekroju wykonanym ze stali (4) [4].
- Łączenie funkcjonalnych modułów w systemy MEMS (5): dostosowane do prowadzenia wyspecjalizowanych procesów (6), wyposażone w komputerowy interfejs (7). W sumie umożliwia to wprowadzenie z ultraszybkich technik kombinatorycznych, takich jak „high-throughput screening/formulation” (HTS/HTF) (8) [1].
- Zwiększanie skali procesów rozwiniętych technikami HTS/HTF w modułowych reaktorach mikrostrukturalnych kolejnej generacji (9), dostosowanych do pracy ciągłej w szerokim zakresie zastosowań przemysłowych (10) [1].

Znane rozwiązania reaktorów mikrofluidalnych nie umożliwiają pracy z zawiesinami submikro- i mikrocząstek. Natomiast wprowadzony w tej pracy reaktor mikrostrukturalny umożliwia prowadzenie procesów z udziałem takich cząstek, a ponadto z udziałem nanoreagentów, w szczególności w środowisku materiałów o strukturze kapilarno-porowatej. Szczegóły opracowania, przedstawionego w zarysie w poprzednim rozdziale, podano w zgłoszeniu patentowym.

W rezultacie badań wstępnych, jako źródło zasilania wprowadzanego reaktora mikrostrukturalnego mikro- i nanoreagentami wybrano opisany poprzednio młyn fluidalny [3]. Jego efektywność oceniano tutaj na podstawie wyników asocjacyjnej syntezy zawiesiny mikrocząstek $Mg(OH)_2$. Taka zawiesina jest stosowana w procesach renowacji zabytków kulturalnych. W procesach tych działa efektywniej od konwencjonalnych elektrolitów, co tłumaczono reaktywnością nanocząstek $Mg(OH)_2$ tworzących mikrocząsteczki otrzymywanych opisanymi metodami aglomeratów $Mg(OH)_2$. Zawiesiny cząstek $Mg(OH)_2$ działają efektywniej także od zawiesin cząstek $Ca(OH)_2$ [2]. Ponadto, otrzymywanie zawiesin cząstek $Mg(OH)_2$ jest ciągle doskonałe, co z kolei umożliwia porównanie efektywności odnośnej syntezy w młynie fluidalnym z efektywnością znanych metod.

3. Część doświadczalna

36,0g sześciowodnego chlorku amonu (cz.d.a., POCh–Gliwice), szklaną ampułkę z 30,0 cm^3 wodnego, 25%-owego wodorotlenku amonu (cz.d.a., POCh–Gliwice), 300 cm^3 wody destylowanej i 700 g ferromagnetycznych mielników umieszczono w komorze roboczej młyna fluidalnego [3], Całość fluidyzowano w wirującym polu magnetycznym przez 30 sekund. Powstałą zawiesinę wodorotlenku magnezu oddzielono magnezem od ferromagnetycznych mielników i analizowano granulometrycznie po 24h dojrzewania w temperaturze pokojowej. Zarejestrowano dwa piki rozkładu ziarnowego. Pik o wartości mody $\approx 2\mu m$ przechodzi stopniowo podczas pomiaru z standardową sonikacją w pik o wartości mody $\approx 0,3\mu m$, który przeważa po 10 minutach pomiaru (Rys.2). Widoczny także, mało-intensywny pik aglomeratu o wartości mody $\approx 200\mu m$ powstaje i zanika oscylacyjnie podczas pomiaru pojawiając się z różną wielkością mody.



Rys. 2. Rozkład granulometryczny cząstek $Mg(OH)_2$
Fig. 2. Granulometric composition of $Mg(OH)_2$ particle– size

4. Podsumowanie i wnioski

Wprowadzono mikroreaktor przeznaczony dla procesów wymiany cieczy i zawiesin na kapilarno-porowatym nośniku, umożliwiając badania oraz syntezy i modyfikacje nanomateriałów, w tym zabytków kulturalnych zabezpieczanych przed osadami soli i konserwowanych mikro- i nanocząstkami. Wprowadzono także syntezę stosowanej tu zawiesiny $Mg(OH)_2$ w młynie fluidalnym: znacznie szybszą, prowadzącą do bardziej stężonych i znacznie drobniejszych oraz aktywniejszych cząstek $Mg(OH)_2$ w porównaniu ze znanymi syntezami. Ten młyn może zasilać aktywnymi mikro- i nanocząstkami wprowadzony mikroreaktor.

Literatura

- [1] Ehrfeld W., et.al.: Microreactors. New Technology and Modern Chemistry, Wiley – VCH Verlag GmbH, Weinheim 2000; Ehrfeld Microtechnic BTS, www.ehrfeld.com.
- [2] Giorgi R., et al.: Conservation of acid waterlogged shipwrecks: nanotechnologies for the de-acidification, Applied Physics A, 83, 2006, p. 567–571.
- [3] Kubik J., Najzarek Z.: Fluidyzacja cząstek ferromagnetycznych w poprzecznym wirującym polu magnetycznym, Roczniki Inżynierii Budowlanej, 5, 2005, p. 85–90.
- [4] Liu Y., et al.: High surface-to-volume hybrid platelet reactor filled with catalytically grown vertically aligned carbon nanotubes, Catalysis Today, 150, 2010, p. 133–139.

MICROSTRUCTURED REACTORS IN NANOMATERIALS ENGINEERING AND CULTURAL HERITAGE CONSERVATION

Summary

A new microstructured reactor for processing of capillary nanomaterials such as cultural heritages was presented. The reactor was coupled with a fast mill as an activator.