

ENVIRONMENTÁLNĚ BENIGNÍ SYNTÉZA ALUMINOFOSFÁTOVÝCH NANOMATERIÁLŮ

M. Vilimovská, K. Voldřich, A. Stadler

Anton Paar GmbH, organizační složka ČR/SR,

Tel.: 233 356 634, e-mail: martina.vilimovska@anton-paar.com

Syntéza nanomateriálů většinou zahrnuje suspenzi prekurzoru, organická aditiva a vhodné rozpouštědlo. Změnou mnoha parametrů jako například koncentrace, rozpouštědla nebo teploty lze přímo ovlivnit růst krystalů požadovaného materiálu.

Přílišná míra použití organických aditiv (aminů nebo amonných solí) a rozpouštědel je spojena s mnohými problémy týkajícími se životního prostředí. Především vysoká spotřeba organických matric je záležitostí průmyslových výrobních procesů. V důsledku potřeby alternativních, „zelených“ a trvale využitelných metod je v současné době hydrotermální syntéza různých nanomateriálů v mikrovlnném poli předmětem vysokého zájmu vědeckého výzkumu [1–3]. Zejména nano-molekulová síta na bázi hliníku jsou díky svým neobvyklým a tedy zajímavým vlastnostem velmi vyhledávaná. Využívají se ve výrobě membrán a optických vrstev a v lékařské diagnostice [4].

Tato práce prezentuje environmentálně benigní syntézu nanokrystalů AIPO-18 z vodného roztoku opakovaným použitím nezreagovaných substrátů.

Experiment

Reakce byly prováděny za použití přístroje Anton Paar Synthos 3000 a rotoru 8SXF100 (100 mL PTFE liner, 60 bar) vybaveného teplotním čidlem S.

Pro hydrotermální syntézu byly ohřívány 4 reakční nádoby s 25 ml prekurzorové suspenze obsahující Al_2O_3 , P_2O_5 (3,16 ekv.), $(\text{TEA})_2\text{O}$ (3,16 ekv.) a H_2O (186 ekv.) při maximálním výkonu 800 W dle následujícího postupu:

| Krok | Teplota [°C] | Nárůst [min] | Doba trvání [min] | Stupeň chlazení |
|------|--------------|--------------|-------------------|-----------------|
| 1 | 180 | 2,5 | 5 | 1 |
| 2 | 0 | 0 | 15 | 3 |

Pevná fáze produktu byla oddělena vysoce rychlostní centrifugací a supernatant (nezreagovaná směs) byl použitý opět v dalších cyklech [4].

Charakterizace pomocí RTG fluorescenční a XRD analýzy ukázala rovnoměrný vývoj látek s nanostrukturou v jednotlivých cyklech.

Diskuse

Pro získání uspokojivých výsledků v následných cyklech je zapotřebí chemická kompenzace spotřebovaných reagentů, jinak nevznikne žádný krystalický produkt. Každý cyklus vyžaduje přibližně 20 % zdroje hliníku a fosfátu a 12 % organických aditiv, což je signifikantně menší množství než v porovnání s jednostupňovou metodou [4].

Navíc rychlost krystalizace požadovaných nanokrystalů AIPO-18 by bylo možné v porovnání s konvenčním typem ohřevu zvýšit pomocí mikrovlnného záření. XRD analýza ukazuje, že nevznikly žádné amorfní produkty a současně indikuje, že všechny nanokrystaly z jednotlivých cyklů vykazují stejný stupeň krystalinity a stejnou velikost částic [4].

Na závěr byla verifikována porozita připravených nanočástic pomocí měření sorpce N_2 . Všechny vzorky vykazují povrch $>500 \text{ cm}^2\text{g}^{-1}$ se zanedbatelnými rozdíly mezi jednotlivými cykly [4].

Aluminofosfáty připravené touto metodou lze stejně tak využít k přípravě tenkých vrstev a filmů na ploché nosiče sekundárním růstem v mikrovlnném poli [5]. I tento proces je možné významně urychlit, jelikož mikrovlnná procedura vyžaduje pouze 10 minut při 150 °C v porovnání s 50 hodinami u konvenčního ohřevu při 100 °C. Takové kompozity jsou zajímavé pro výrobu vlhkostních čidel, tepelných čerpadel a chladicích strojů.

Závěr

Je třeba dodat, že vyvinutá metoda multistupňové syntézy prokázala vysokou míru užitečnosti z hlediska možnosti signifikantního snížení výrobních nákladů a odpadu. Obzvláště v případě zvýšení produkce se projeví vhodnost této metody pro životní prostředí s ohledem na to, že spotřeba reagentů se redukuje o 50 až 70 % v porovnání s jednostupňovým procesem [4].

Obr. – Rotory 8SXF100 a 16HF přístroje AntonPaar Synthos 3000



Reference

S. Mintova, Laboratoire de Matériaux à Porosité Contrôlée, Université de Haute Alsace, Mulhouse, France.

Literatura

- [1] S.J. Haswell, P. Watts, Green Chem. 2003, 240–243
- [2] E.E. McLeary et al., Microporous Mesoporous Mater. 2006, 198–220
- [3] H.V. Heyden et al., J. Mater. Chem. 2006, 514–518
- [4] E.-P. Ng, L. Delmotte, S. Mintova, Green Chem. 2008, 1043–1048
- [5] L. Tosheva, E.-P. Ng, S. Mintova et al. Chem. Mater. 2008, 5721–5726