



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Łukasz Kłapiszewski
Politechnika Poznańska

Stypendysta projektu pt. „Wsparcie stypendialne dla doktorantów na kierunkach uznanych za strategiczne z punktu widzenia rozwoju Wielkopolski”, Poddziałanie 8.2.2 Programu Operacyjnego Kapitał Ludzki

Zaawansowane układy hybrydowe krzemionka-lignina

Tematyka realizowanej pracy doktorskiej jest ściśle związana z niezwykle ciekawym i bardzo aktualnym kierunkiem badań dotyczącym szeroko pojętej, interdyscyplinarnej dziedziny wiedzy, do której zalicza się materiały hybrydowe. Dynamicznie rozwijające się technologie wytwarzania funkcjonalnych i zaawansowanych materiałów, kładą nacisk na otrzymywanie produktów o konkretnych i unikatowych właściwościach. Większość z nich otrzymywana jest z udziałem krzemionki i wykazuje duże zróżnicowanie właściwości fizykochemicznych i strukturalnych. Szczególne znaczenie nabiera wytwarzanie materiałów hybrydowych z dodatkiem polimerów pochodzenia naturalnego, do których zalicza się ligninę oraz jej pochodne. To daje możliwość wytworzenia nowatorskich, zaawansowanych produktów, które łącząc będą specyficzne i konkretne właściwości obu zastosowanych prekursorów.

Złożona struktura chemiczna, cenne właściwości fizykochemiczne oraz różnorodność składu chemicznego ligniny budzą duże zainteresowanie naukowców. Jej biodegradowalny charakter w połączeniu z niską ceną stymuluje badania nad zastosowaniem lignin technicznych w wytwarzaniu materiałów o dużej wartości dodanej. Wcześniej ponad 90% całkowitej produkcji lignin technicznych poddawanych było recyklingowi energetycznemu jeszcze na terenie zakładów produkcyjnych w celu odzyskania chemikaliów trawiących ligninę oraz poprawienia bilansu energetycznego procesu technologicznego. Znaleźć można niewielką ilość doniesień, z których wynika, że odpowiednio aktywowana lignina znajduje zastosowanie w produkcji biomateriałów, żywic fenolowych, biodegradowalnych kompozycji polimerowych, aktywnych biosorbentów, związków powierzchniowo czynnych i dyspergujących oraz w elektrochemii.

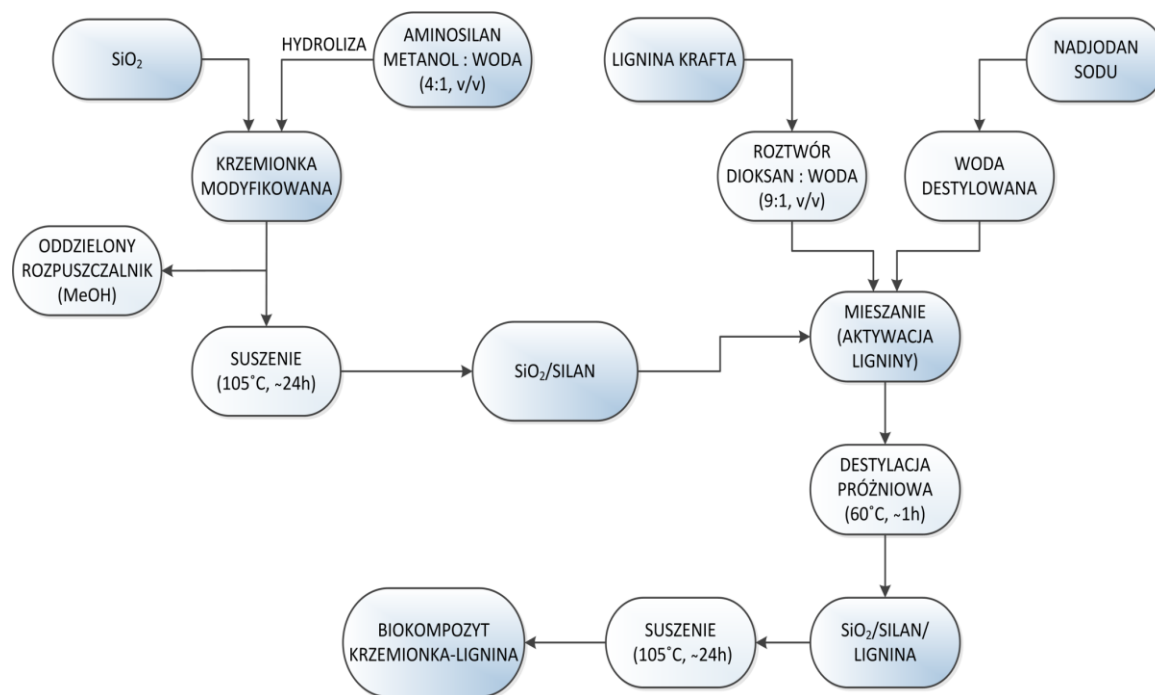
Niewielka liczba prac podejmujących ten temat stanowi niewątpliwie o nowatorskim charakterze badań. Zapropionowana próba połączenia nieorganicznego nośnika z

organicznym polimerem naturalnym może więc stanowić bardzo ciekawy problem badawczy prowadzący do uzyskania zupełnie nowej grupy, niepoznanych dotąd materiałów hybrydowych o unikalnych i wyróżniających właściwościach.

Wnikliwe rozeznanie literaturowe tematu pozwoliło więc na sprecyzowanie nadrzędnego celu pracy doktorskiej, którym będzie wytworzenie zaawansowanych funkcjonalnych materiałów hybrydowych typu SiO_2 –lignina. Plan zadań badawczych obejmuje szereg zająających się ścieżek reakcyjnych i procesowych, które w efekcie końcowym doprowadzą do wytworzenia zdefiniowanych produktów nieorganiczno–organicznych.

Główny cel dysertacji doktorskiej stanowić będzie także określenie właściwości fizykochemicznych i strukturalno–dyspersyjnych nowych układów hybrydowych, jak również poznanie zachodzących zjawisk fizycznych i/lub chemicznych podczas ich preparatyki.

Zgodnie z początkowymi założeniami w pracy eksperymentalnej przeprowadzono szereg czasochłonnych syntez, według schematu zamieszczonego na rys. 1, prowadzących do otrzymania produktów finalnych krzemionka–lignina.



Rys. 1. Schemat otrzymywania zaawansowanych materiałów hybrydowych SiO_2 –lignina

W ramach podjętych już badań szczegółowo przebadano wpływ ilości użytych do badań reagentów oraz sposób i metodykę ich pozyskiwania, temperaturę prowadzenia procesu, a także technikę łączenia na końcowe właściwości fizykochemiczne produktów. Do oceny tych właściwości posłużyły najnowocześniejsze dostępne techniki analityczne i metody badawcze. Oceniono m.in. charakter dyspersyjno–morfologiczny produktów wykonując

zdjęcia na skaningowym (SEM) oraz transmisyjnym (TEM) mikroskopie elektronowym, a także pomiary rozkładu wielkości cząstek w oparciu o techniki dynamicznego rozpraszania światła (DLS) oraz dyfrakcji laserowej. W celu potwierdzenia poprawności oraz efektywności przeprowadzonego procesu wytwarzania materiałów hybrydowych krzemionka–lignina zaproponowano badania uwzględniające techniki: spektroskopię w podczerwieni z transformacją Fouriera (FT-IR), spektroskopię fotoelektronów wzbudzonych promieniowaniem rentgenowskim (XPS) oraz spektroskopię Ramana. Dodatkowo wykonano analizę elementarną i pomiar barwy w przestrzeni barw CIE $L^*a^*b^*$. Wszystkie uzyskane wspomnianymi technikami i metodami badawczymi wyniki potwierdziły zasadność i efektywność zaproponowanej metodyki pozyskiwania zaawansowanych materiałów hybrydowych. Istotne znaczenie w ocenie charakterystyki układów krzemionka–lignina ma także analiza termiczna (TG/DTA). Korzystne na obecnym etapie badań wyniki TG świadczą, że układy krzemionka–lignina z powodzeniem mogą znaleźć zastosowanie jako nowej generacji napelniacze polimerowe.

W pracy doktorskiej przeprowadzone zostaną również badania pozwalające na określenie właściwości struktury porowatej uzyskanych materiałów hybrydowych. Właściwości wybranych próbek scharakteryzowane zostaną pod kątem wyznaczenia powierzchni właściwej BET oraz całkowitej objętości i wielkości porów – wykorzystana do tego zostanie metoda Barretta-Joynera-Halendy (BJH). W pracy doktorskiej podjęta zostanie także próba adsorpcji na powierzchni hybrydy SiO_2 –lignina, szkodliwych związków organicznych (fenoli, polifenoli, substancji aktywnych farmaceutycznie oraz barwników organicznych) i wybranych jonów metali ciężkich (Cd, Pb, Ni). Ostatnim bardzo istotnym rodzajem badań podstawowych będą pomiary potencjału dzeta w zależności od pH i określenie tym samym właściwości elektrokinetycznych produktów krzemionka–lignina. Przebieg uzyskanych na podstawie wykonanych analiz krzywych elektrokinetycznych pośrednio potwierdzi efektywność proponowanej metody otrzymywania hybryd SiO_2 –lignina, ale w szczególności będzie miał istotne znaczenie w celu określenia stabilności elektrokinetycznej analizowanych próbek.

Materiały hybrydowe krzemionka–lignina poddane zostaną badaniom elektrochemicznym. Obejmować one będą głównie woltamperometrię cykliczną pozwalającą na wstępne określenie aktywności elektrochemicznej materiałów nałożonych na powierzchnię elektrody. W badaniu procesów akumulacji jonów metali i związków organicznych na badanych materiałach hybrydowych wykorzystane zostaną techniki potencjometryczne i mikrograwimetryczne. Sam proces przetworzenia stanu elektrody na informację analityczną odbywać się będzie z wykorzystaniem pulsowej woltamperometrii różnicowej lub woltamperometrii fali prostokątnej. Parametry pomiaru elektrochemicznego

optymalizowane będą pod kątem uzyskania jak największych czułości oznaczania i powtarzalności rezultatów.

W pracy otrzymane i przebadane zostaną również materiały kompozytowe z wykorzystaniem nośnika hybrydowego krzemionka–lignina. Zostaną one otrzymane z zastosowaniem techniki wytłaczania z wykorzystaniem wytłaczarki dwuślimakowej ZAMAK, 16/40 EHD. Wytłaczarka posiada możliwość stosowania różnych konfiguracji segmentów ślimaków, głównie poprzez rozmieszczenie stref gniotowników oraz odgazowania, a także skrócenia układu plastyfikacji z 40D do wymiaru 32D, co jest niezwykle istotne w przypadku otrzymywanych materiałów. Wytłaczarka ma również możliwość współpracy z mieszalnikiem dynamicznym (układ plastyfikujący połączony z mieszalnikiem z własnym napędem rotora), co jest odpowiedzialne za poprawę mieszalności komponentów oraz odpowiednie dyspergowanie napełniaczy w osnowie polimerowej. Podczas procesu wytłaczania optymalizacji zostaną poddane podstawowe parametry przetwórcze, takie jak temperatura uplastyczniania, temperatura głowicy, prędkość procesu. W trakcie tego etapu otrzymanych zostanie wiele rodzajów układów kompozytowych różniących się składem polimer–napełniacz hybrydowy oraz polimer–promotor adhezji–napełniacz hybrydowy.

W ramach charakterystyki kompozytów przeprowadzone zostaną również badania mechaniczne w celu wyznaczenia cech wytrzymałościowych otrzymanych materiałów. Badania zostaną przeprowadzone z wykorzystaniem maszyny wytrzymałościowej (Zwick, model Z020) oraz udarności (Zwick 5102). Ponadto, analizowane będą również właściwości reologiczne kompozytów, np. wyznaczony zostanie wskaźnik szybkości płynięcia i lepkość.

Znaczenie układów hybrydowych krzemionka–lignina w rozwoju innowacyjności jest bardzo duże. Wszelkie próby podejmowane w kierunku zastosowania niniejszego układu w różnych dziedzinach nauki potwierdzają, iż może on mieć istotne znaczenie gospodarcze i przyczynić się do rozwoju województwa wielkopolskiego. Tematyka podjęta w przygotowywanej dysertacji doktorskiej wpisuje się więc jak najbardziej w nurt szeroko zakrojonych, interdyscyplinarnych metod poznawczych i kształtowania nowych, bezodpadowych technologii produkcyjnych, przyjaznych środowisku. Ponadto z pełnym przekonaniem można stwierdzić, że ze względu na nowatorski charakter wytwarzanego produktu i rozwój związanych z nim technologii niskoodpadowych wpisuje się on w założenia Regionalnej Strategii Innowacji dla Wielkopolski na lata 2010-2020 i przyczyni się z pewnością do rozwoju naszego Regionu.