

MRS 2010

Paper Id: 23246

Nowe mikrofalowe reaktory do syntezy nanocząstek – wybrane zagadnienia badawcze i przykłady zastosowań

Acceptance: accepted

Presentation: 2010-09-14 13:30, 20min. Oral, Nanotechnologia PL

Presenting person: Edward R. Reszke

Autorzy:

Dariusz Bogdał, Politechnika Krakowska,
Edward R. Reszke, Ertec Poland Edward Reszke, Wrocław,
Witold Łojkowski, Instytut Wysokich Ciśnień PAN,
Tadeusz Chudoba, Instytut Wysokich Ciśnień PAN,
Agnieszka Opalinska, Instytut Wysokich Ciśnień PAN
Andrzej Majcher Instytut Techniki Eksploatacji, Radom,
Adam Mazurkiewicz Instytut Techniki Eksploatacji, Radom

MRS 2010

Streszczenie:

- Opiszemy otwarte i zamknięte systemy mikrofalowe z kontrolą ciśnienia i temperatury. Pokażemy rozwiązania pracujące w systemie stop-flow, ciągłym lub też z wykorzystaniem kapsułek.
- Opiszemy rozwój technologii sprzęgania mikrofal z reagentami i monitorowania odbitej mocy mikrofalowej.
- Pokażemy możliwości dobrze kontrolowanego nagrzewania reagentów przy pomocy niestacjonarnego pola mikrofalowego.
- Pokażemy zalety technologii mikrofalowych w syntezach nanocząstek, a w szczególności w dziedzinie syntez solvo- i hydro-termalnych.

Reaktor mikrofalowy ERTEC Nova 10



Przystawka do syntez jednomodowych NOVA 10 M



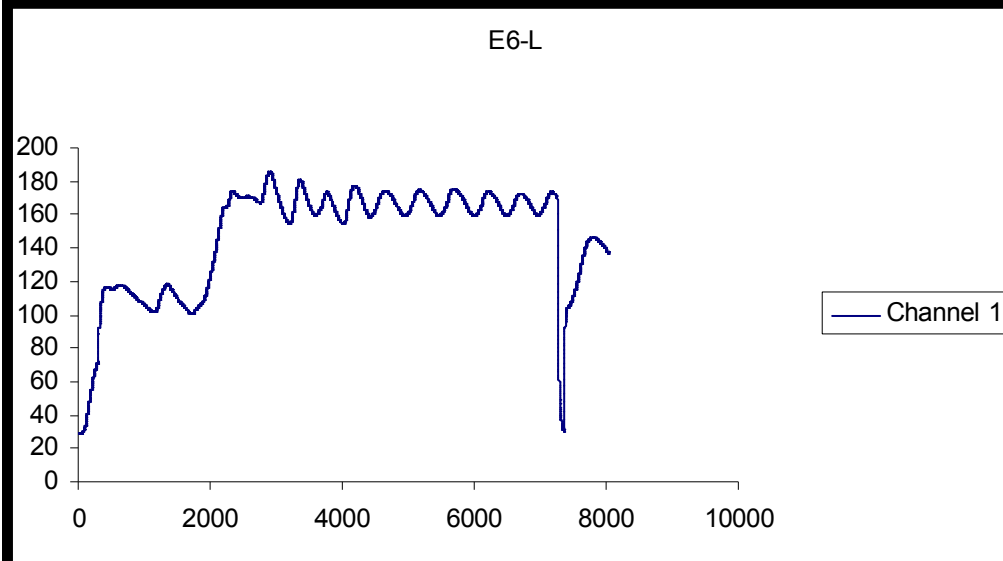
Reaktor mikrofalowy ze
złożem obrotowym
(Politechnika Krakowska)



Epoxy resins applications

Application	Tonnage (t)	(%)
Powder coating (car varnishes) Surface coating (tin and food containers) Anticorrosion primers Varnishes		14,1 11,8 6,9 17,7
Paint and varnish industry:	70200	56,2
Electrical industry:	27500	22,0
Building industry:	27300	21,8

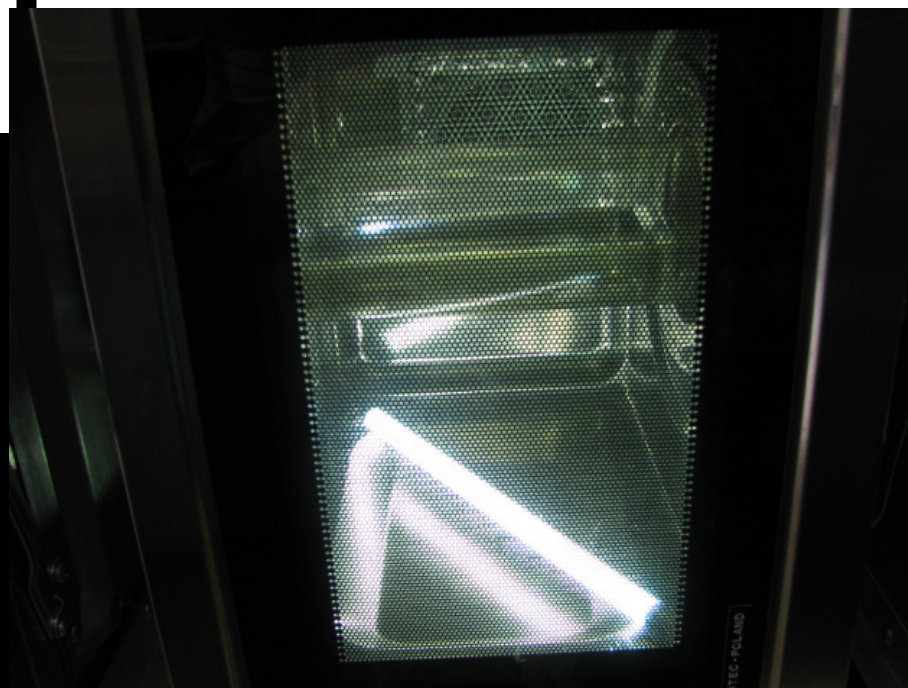
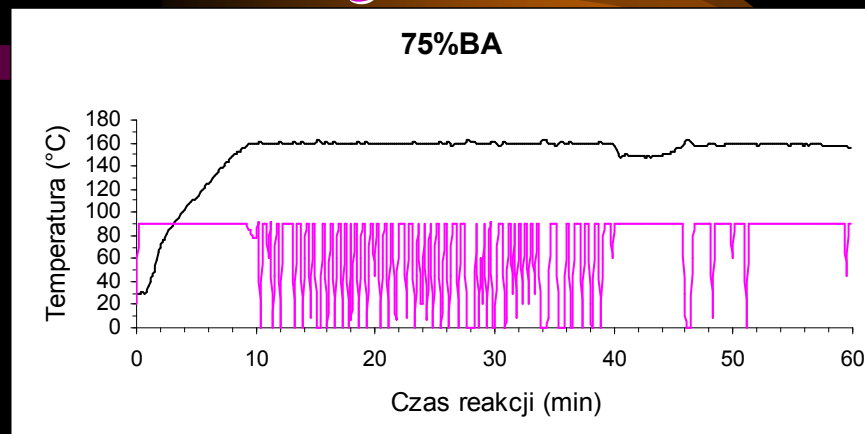
Solid epoxy resins (SER) - synthesis



Small scale ca. 160 g

60 g of liquid epoxy resins
31,5 g of bisphenol-A
70 g solvent

Big scale: ca 5500 g
2400 g liquid epoxy resin
740 g bisphenol-A
2340 g solvent



Microwave-Enhanced Polymer Chemistry and Technology



Dariusz Bogdal and Aleksander Prociak

Table of Contents

1. Fundamentals of microwaves

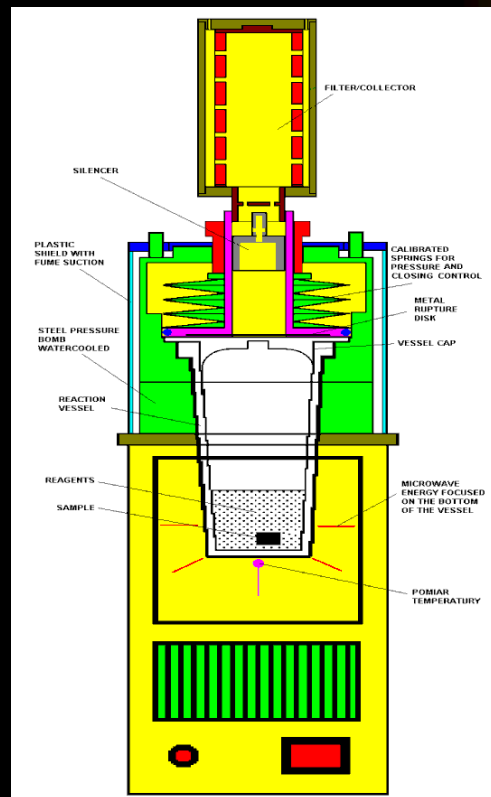
- Interaction of microwaves with materials
- Microwave equipment
- Microwave generators
- Transmission lines (waveguides)
- Microwave applicators (cavities)
- Microwave reactors
- Temperature monitoring
- Methods for performing reactions under microwave irradiation

2. Overview of polymerization processes under microwave conditions in comparison with conventional conditions

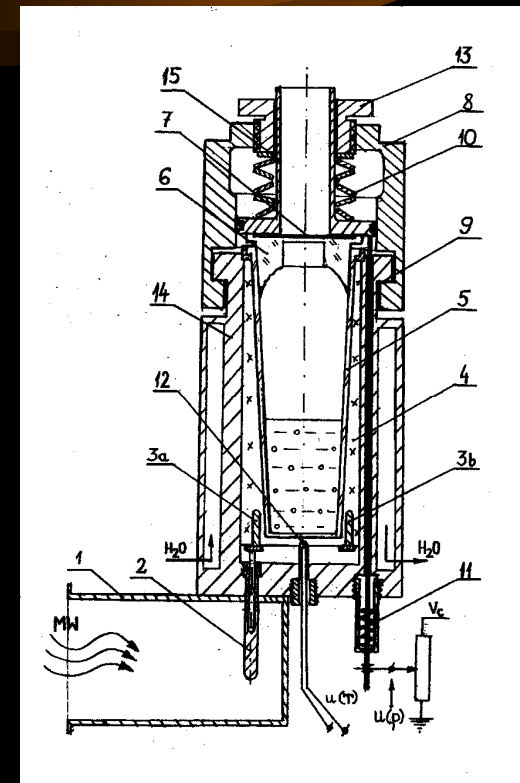
Koncepcja ortogonalnego pola typu double wave



System Magnum 03



Konstrukcja Magnum



Magnum -przekrój

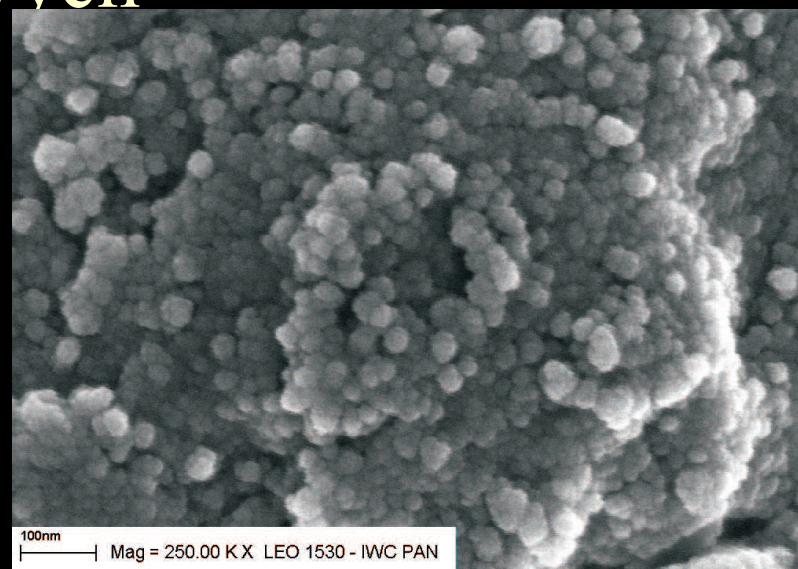
System reaktorów Magnum II



*Rozwój mikrofalowych reaktorów do solvotermalnych syntez
nanoproszków*

Produkty dotychczas otrzymane przy użyciu
reaktorów przepływowych

- ZnO (100nm)
- ZnO-Al (10nm)
- ZrO₂ (10nm)
- Spinel ZnAl₂O₄
- Jw. - domieszkowane



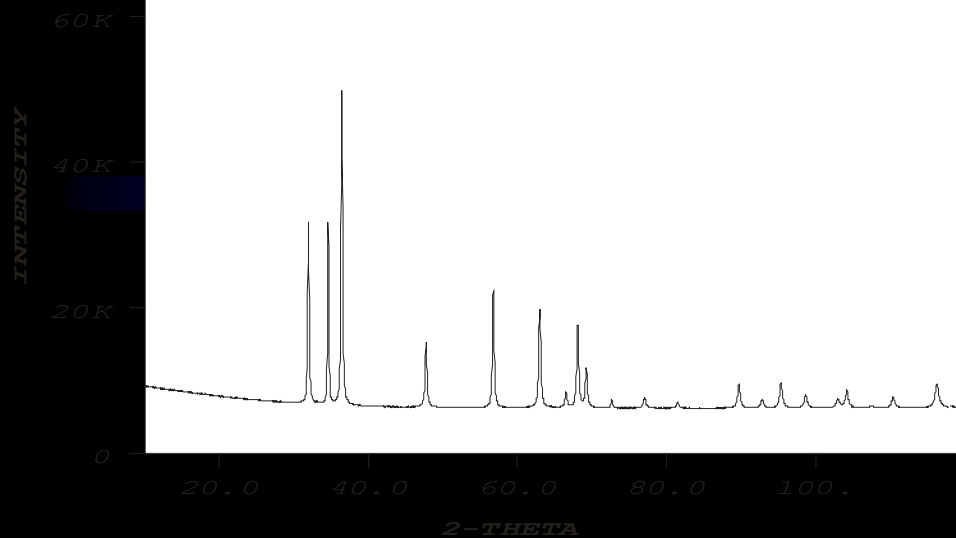
ZnAl₂O₄ , 3,9 MPa/15min

Mikrofalowe reaktory do solvothermalnych syntez nanoproszków

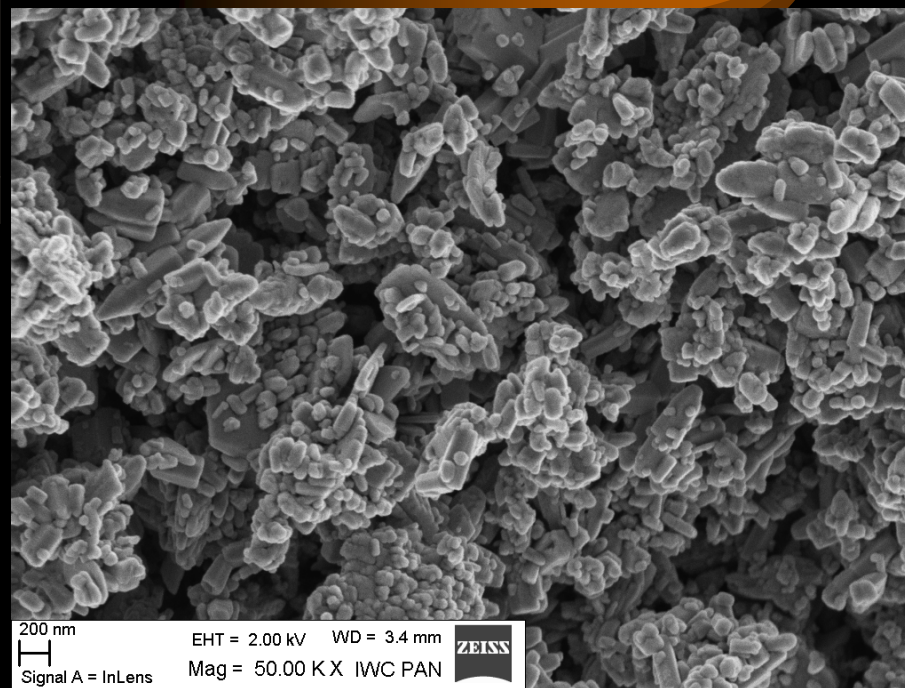
Kierunki dalszych prac:

- podwyższenie dopuszczalnej temperatury i ciśnienia procesów
- Funkcjonalizacja nanocząstek w czasie syntezy
- Otrzymywanie mieszanin różnych nanocząstek
- „atramenty” dla drukowania nanostruktur
- Wykonamy wkrótce kolejną wersję reaktora w pełni zintegrowanego z kompletną linią produkcyjną

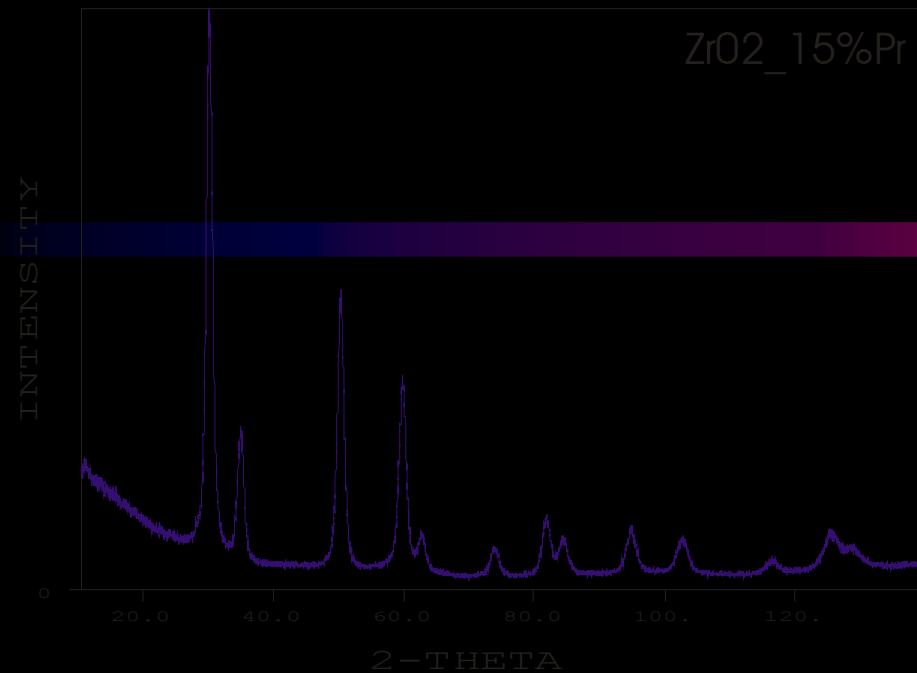
ZnO



Appearance/color - fine white powder
Purity > 95%
Specific Surface Area (BET) - 10 m²/g
Crystal size (XRD) - 50 nm
True density - 5,2 g/cm³



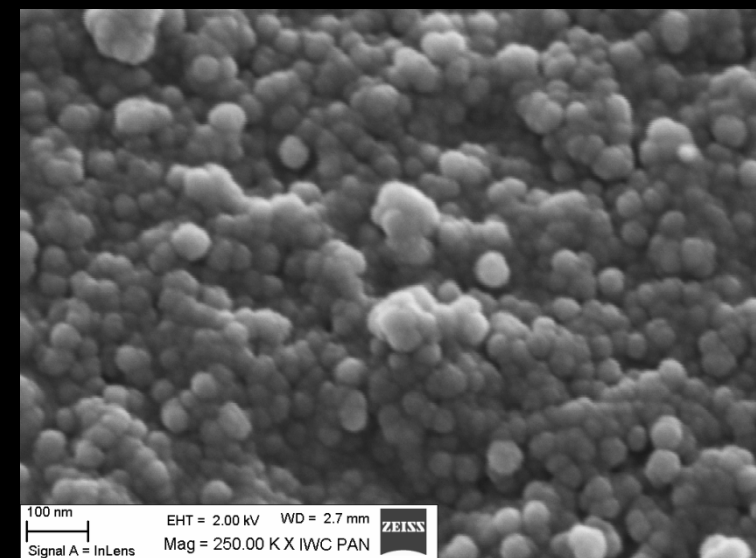
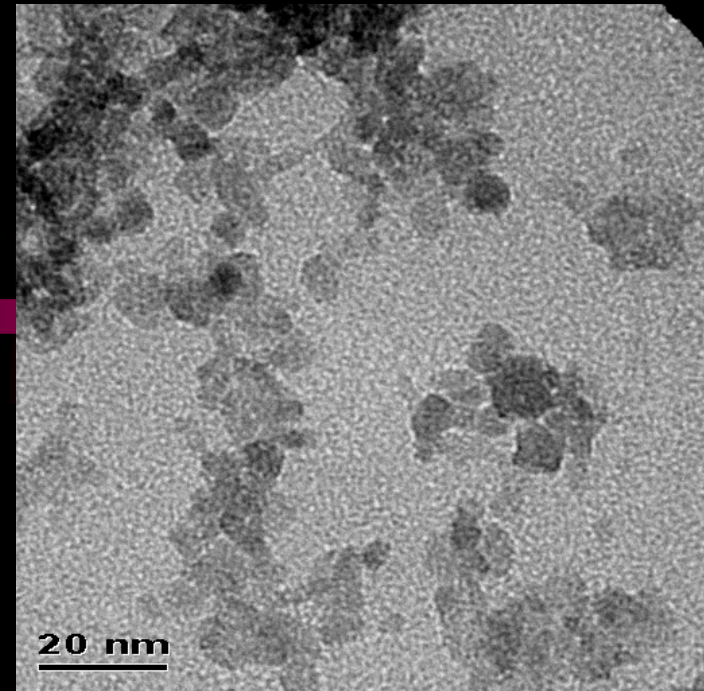
ZrO₂ + 15%mol Pr



Faza tetragonalna

Warunki syntezy: 15min;
55atm; temp ok.. 250oC;

Wielkość ziarna ok..
5nm



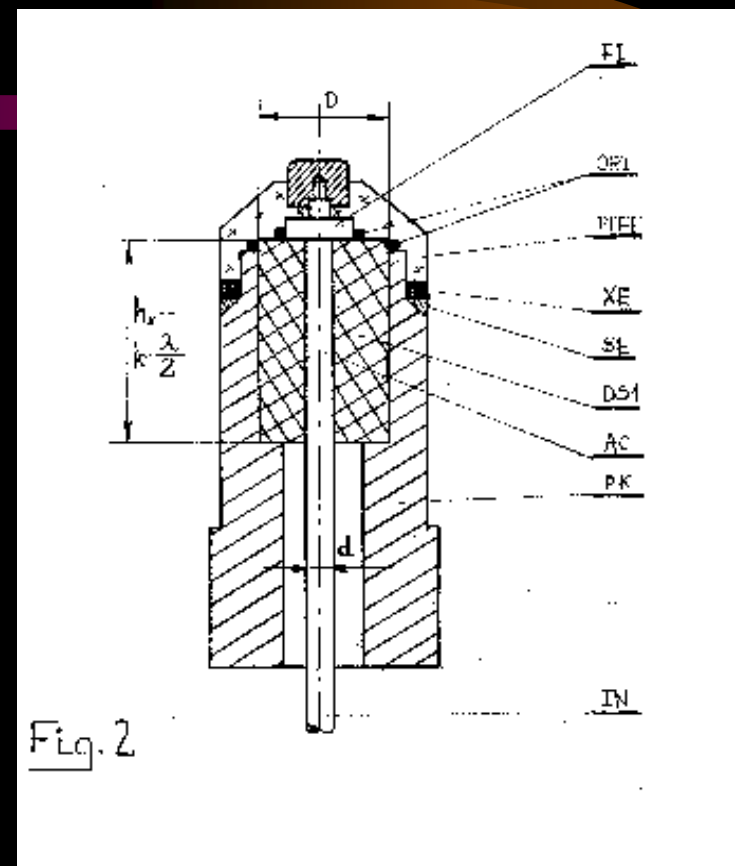
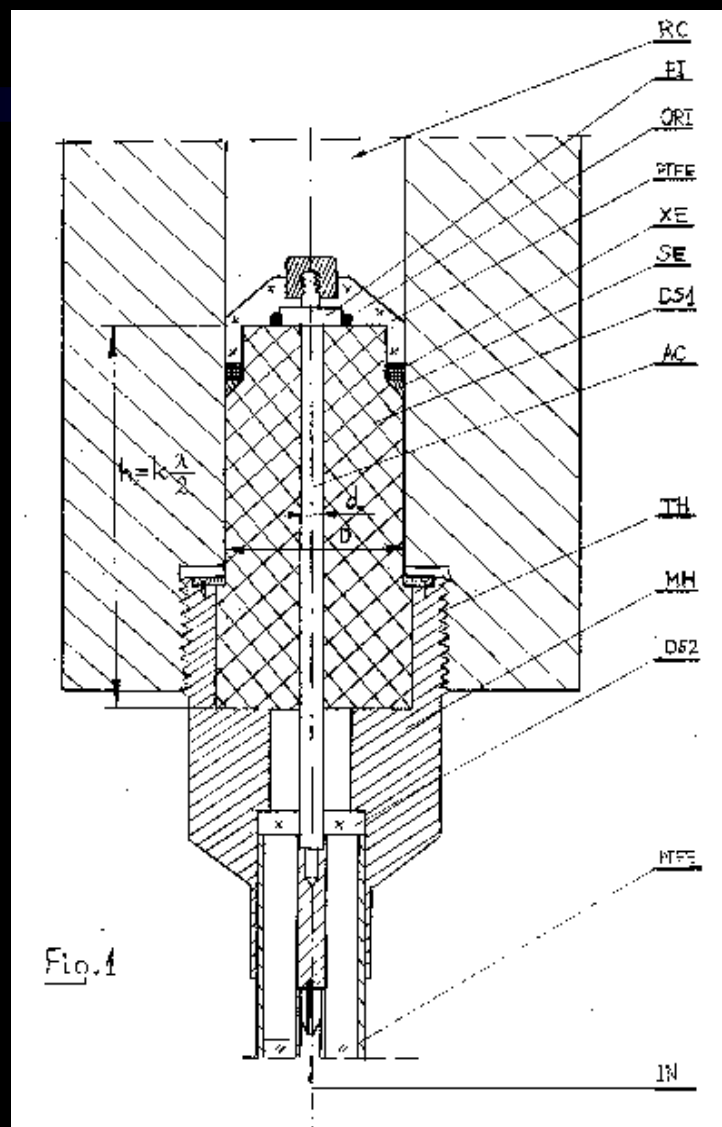
Inny reaktor typu micro batch zbudowany w Unipressie



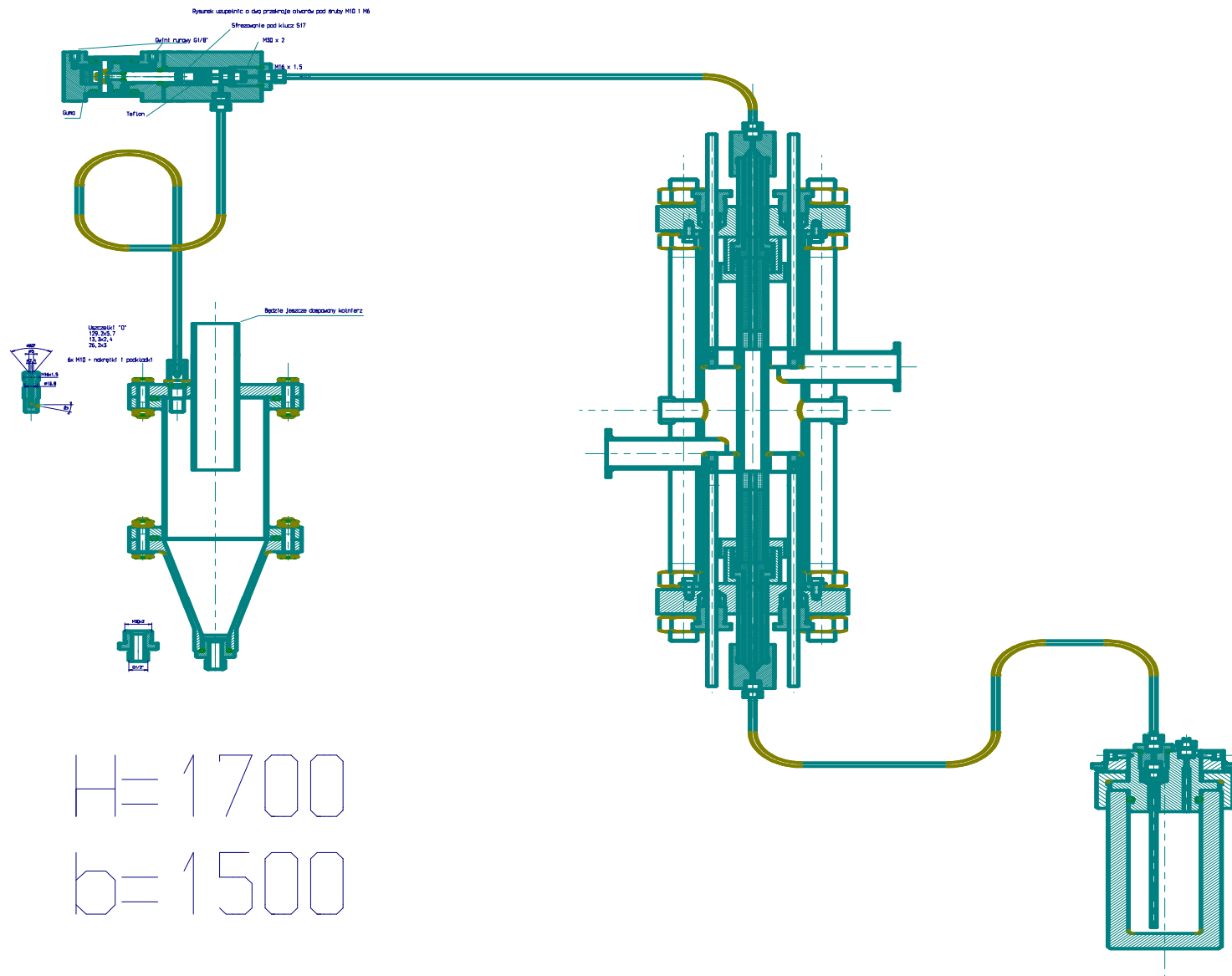
Moc mikrofal
800 W,

Temperatura max
300 C

Wysokociśnieniowe przepusty do reaktorów mikrofalowych



Pierwszy reaktor zbudowany w Unipressie max 50bar i 500K

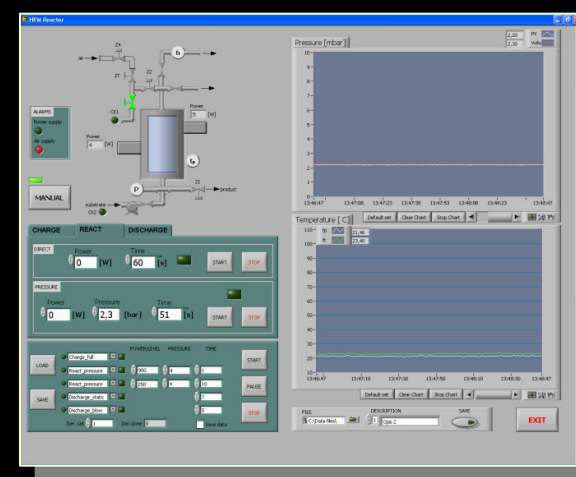
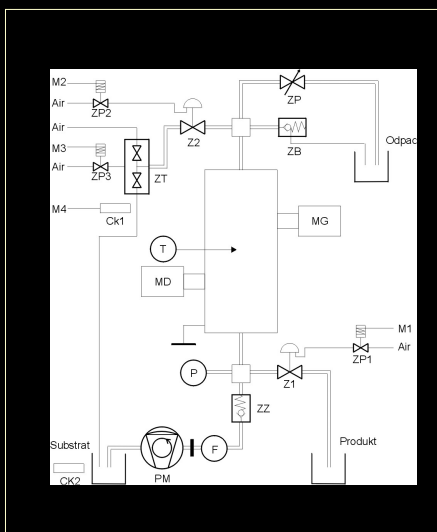
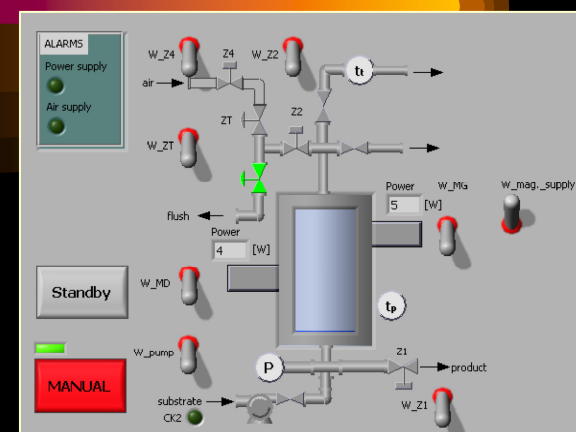
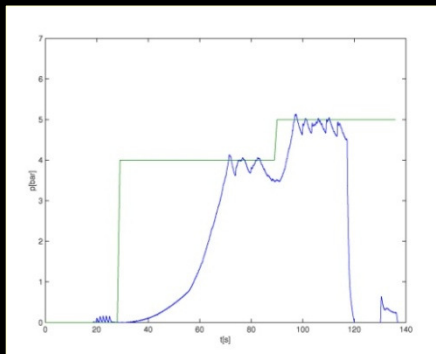




A view of the new
reactor at Unipress
Laboratory of
Nanomaterials

Reaktor MSS1

*Nagrodzone urządzenie technologiczne do
hydrotermalnej syntezy
nanoproszków (Hydro-Thermal Synthesis)*



Mikrofalowe reaktory do solvothermalnych syntez nanoproszków

2. Raktor stop-flow

- Moc 2x1000W
- Ciśnienie < 4 MPa
- Temperatura < 300°C
- Objętość robocza ok. 150 ml

УСТАНОВКА ДЛЯ СИНТЕЗА НАНОПОРОШКОВ

ХАРАКТЕРИСТИКА

Технологическая установка для синтеза нанопорошков - это автоматизированный химический реактор, в котором осуществляются процессы гидротермального микроволнового синтеза. Высокое давление и температура процесса синтеза поддерживаются при помощи двух магнетронов. Система управления установкой обеспечивает регулировку СВЧ - мощности и измерение параметров процесса. Система работает в трех режимах: ручное управление, фазовое, и набором команд согласно польской норме PN-EN 61512.

Осно интерфейса пользователя управляющей программы

ОСНОВНЫЕ ЧЕРТЫ

В установке используется оригинальный метод ведения процесса типа stopflow. Быстрое измерение давления в камере во время проведения процесса, надежная собственная конструкция камеры высокого давления, радикально увеличивает эффективность получения нанопорошков. Способность переработки субстратов в течение часа по сравнению с существующими реакторами, увеличена с миллилитров до литров. Благодаря этому установка является конкурентоспособной в применении химической, фармацевтической, косметической промышленности, а также в лабораторных исследованиях. Примеры материалов, получаемых с помощью установок: окись циркония (ZrO_2), оксиды ($FeTiO_3$), $BaTiO_3$, окись титана (TiO_2), Al_2O_3 , окись цинка (ZnO), нанит иттриво-алюминиевый (YAG). В случае применения органических растворителей или смеси воды с органическими растворителями, возможно также получение суспензии некоторых металлов.

ТЕХНИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ

- Напряжение питания:	3x220/400В, 50 Гц, 16А
- СВЧ - частота:	2450 МГц
- СВЧ - мощность:	2x1000 Вт
- Давление внутри камеры: макс.	4 МПа
- Температура внутри камеры:	макс. 200°C
- Получение субстратов:	до 2 л/ч
- Частота измерения давления:	1 кГц
- Автоматическая регулировка давления в камере во время проведения процесса, скорость подачи субстратов, СВЧ - мощности	
- Способность обработки данных и сохранения параметров процесса	
- Автоматическое выполнение технологических программ запрограммированных оператором	

Institute for Sustainable Technologies
National Research Institute
610 K. Pułaskiego Str., 26-600 Radom, Poland

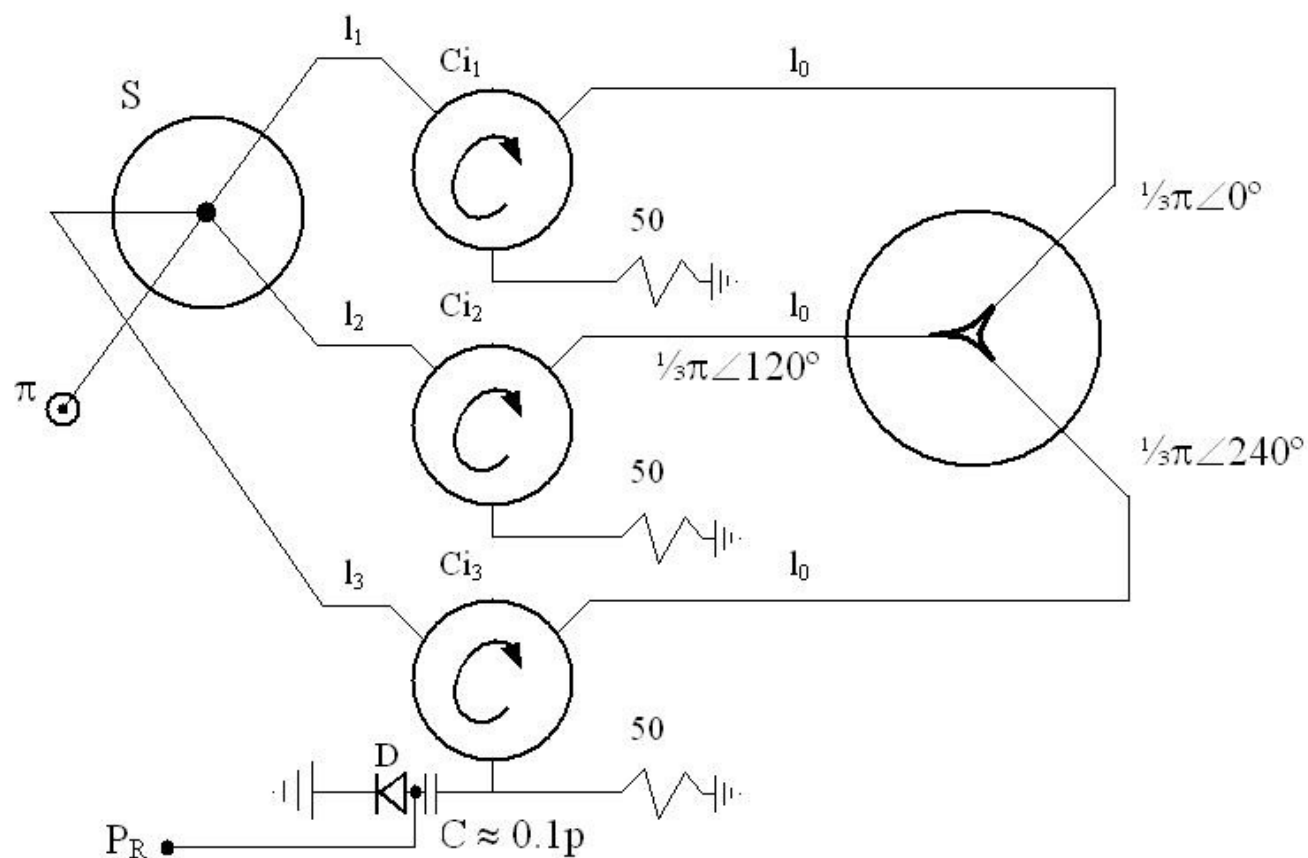
e-mail: marketing@itee.radom.pl

www.itee.radom.pl

High Technologies. Innovations. Investments.
VI Exhibition and Congress. 10-13 March 2009,
St. Petersburg, Russia



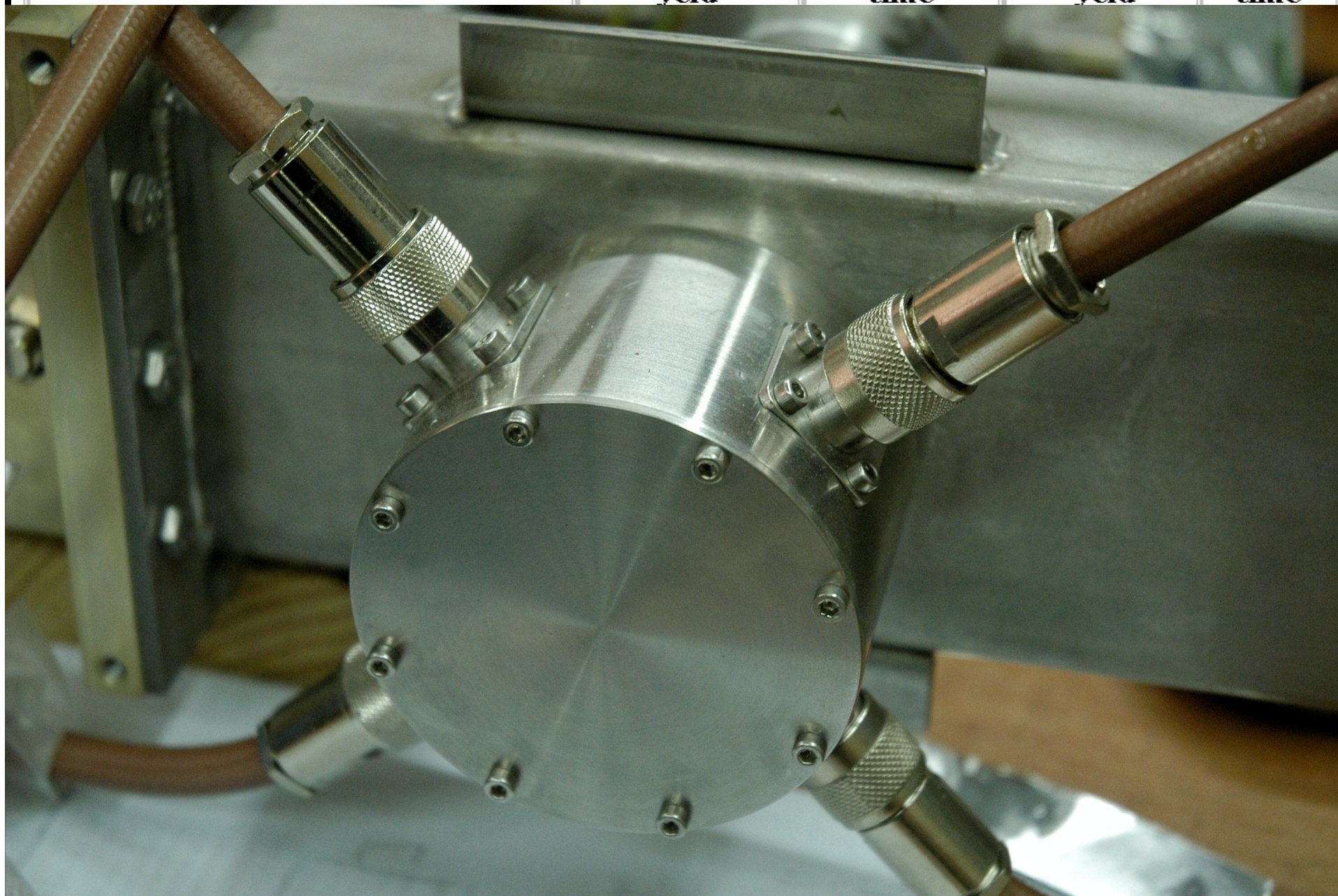
Nagrzewanie mikrofalami -technika pola niestacjonarnego (rotującego) przykład dla 3 faz

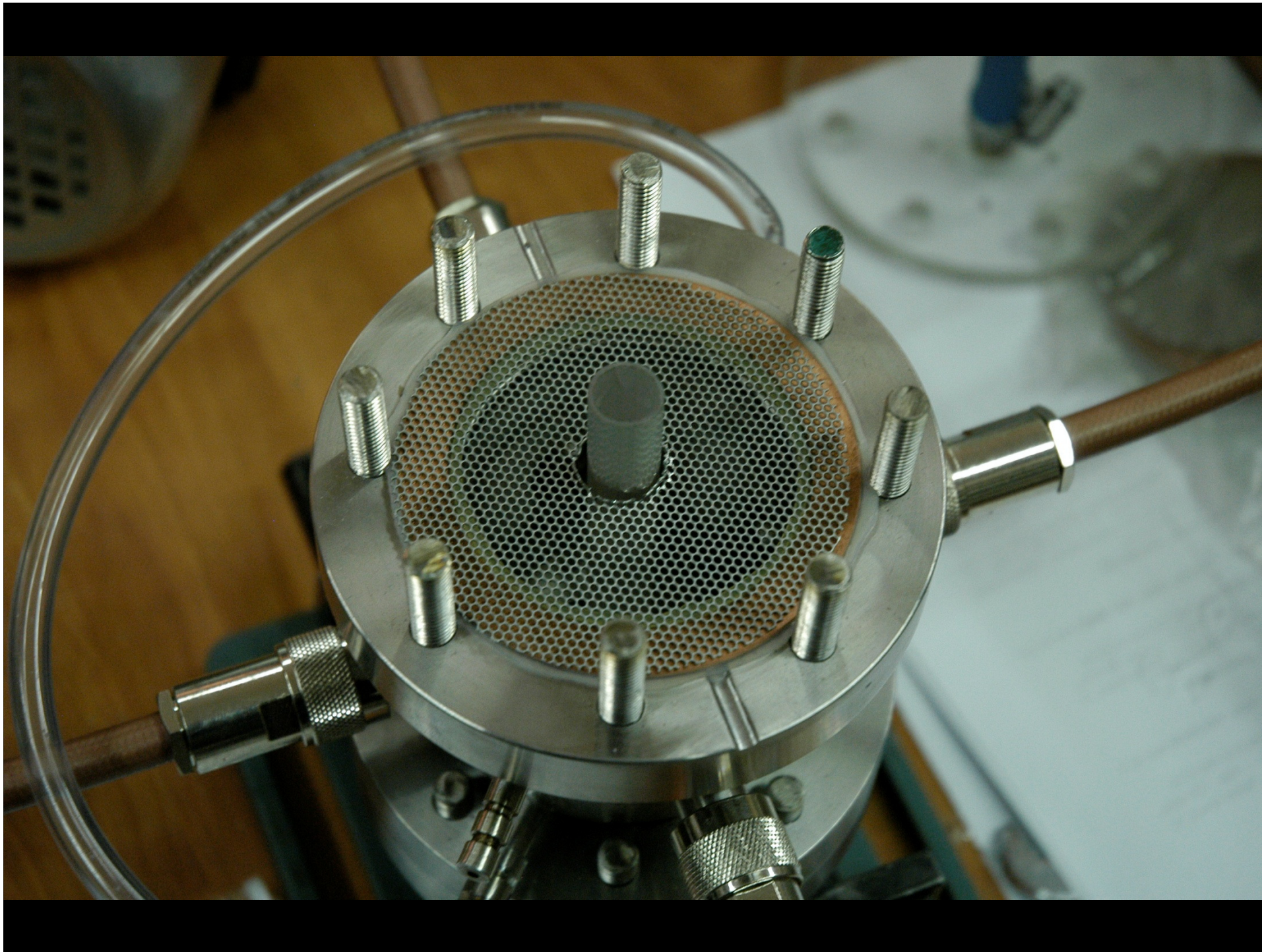


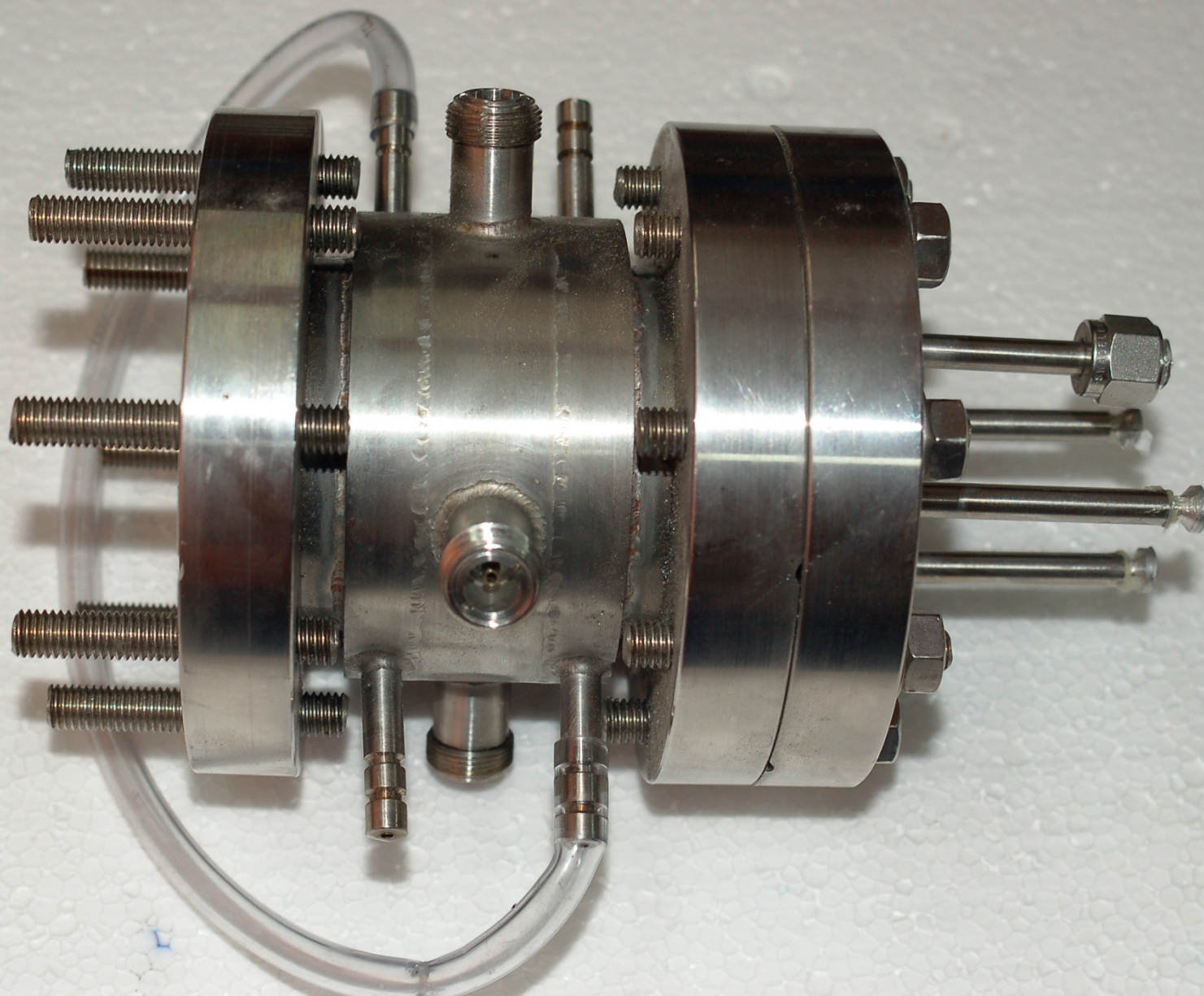




Kind of reaction:	MW reactor		Conventional	
	yeld	time	yeld	time



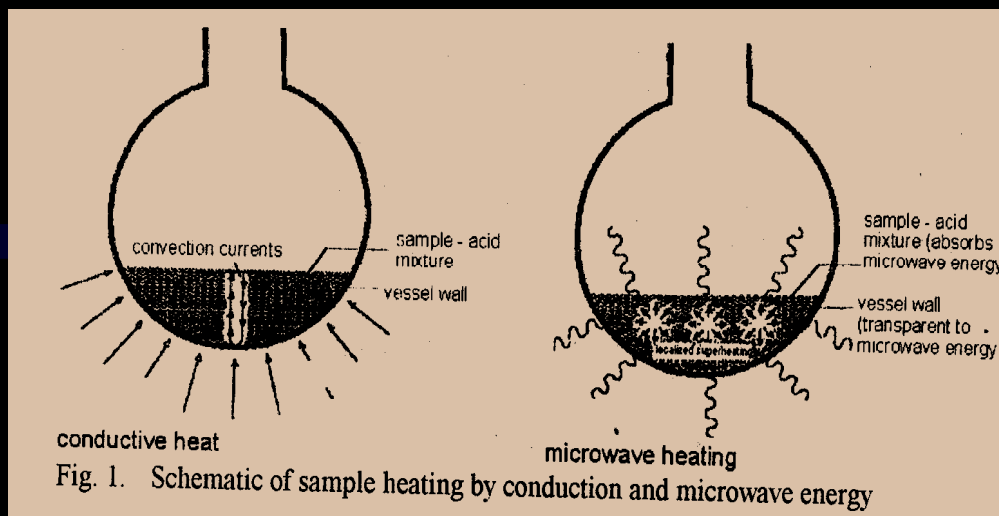




Reaktor MSS2

Model fizyczny





Thank you for your attention