

Štruktúra anorganicko-organických xerogélov sledovaná infračervenou spektroskopiou

Structure of Inorganic-organic Xerogels Studied by Infrared Spectroscopy

Ing. Marianna Čierniková¹; Ing. Jana Pagáčová, PhD.²; doc. Ing. Alfonz Plško, CSc.¹; Ing. Jana Müllerová, Ph.D.³; doc. Ing. Petr Exnar, CSc.³; Ing. Iveta Papučová, PhD.²

¹ Trenčianska univerzita Alexandra Dubčeka v Trenčíne, Študentská 2, 911 50 Trenčín, Slovenská republika

² Trenčianska univerzita Alexandra Dubčeka v Trenčíne, Fakulta priemyselných technológií v Púchove, I. Krasku 491/30, 020 01 Púchov, Slovenská republika

³ Technická univerzita v Liberci, Fakulta prírodovědně-humanitní a pedagogická, Voroněžská 1329/13, 461 17 Liberec 1, Česká republika

Práca sa zaoberá zisťovaním štruktúry anorganicko-organických xerogélov pripravených zo sólov v systéme tetraetoxysilán (TEOS) – trietoxysilán (TriEOS) – voda – kyselina dusičná – izopropanol pomocou infračervenej spektroskopie. Metódou sól-gél sa pripravili sóly, v ktorých bol mólový pomer $x(\text{TEOS}):x(\text{TriEOS}) = 8:0, 7:1, 6:2, 5:3, 4:4$ a mólový pomer $x(\text{H}_2\text{O}):x(\text{SiO}_2) = 2, 4, 6$. Pripravilo sa 15 xerogélov sušením pri teplote 80 °C. V oblasti vlnových čísel 1300 – 700 cm^{-1} sa reflexnou technikou namerané infračervené spektrá podrobili separácii pásov. Z hodnôt integrovaných intenzít zistených zo separácie pásov sa vypočítali pomery štvor a šesťčlánkových štruktúrnych jednotiek, ako aj skupín Si-OH a Si-O⁻, k celkovej kremičitej sieti. Separáciou sa získali aj zložky priradené LO a TO módom pásu asymetrickej valenčnej vibrácie.

Kľúčové slová: anorganicko-organický xerogél; infračervená spektroskopia; separácia pásov; štruktúra

The properties of materials are determined by a large number of processing parameters, as well as by their structure. For the study of material structure, the infrared spectroscopy is very useful technique, because reveals the energies of possible stretching vibrations within the solid network. The assignment of these vibrations to individual chemical groups allows the qualitative and quantitative characterization of the chemical components of the solid network. The paper gives a detailed description relating to the study of the structure of inorganic-organic xerogels using the infrared spectroscopy. Fifteen xerogels were prepared from sols in „tetraethoxysilane (TEOS) – octyltriethoxysilane (TriEOS) – water – nitric acid – isopropyl alcohol“ system. In sols, which were prepared by the sol-gel method, the mole ratios of $x(\text{TEOS}):x(\text{TriEOS})$ were 8:0, 7:1, 6:2, 5:3, 4:4 and the mole ratios of $x(\text{H}_2\text{O}):x(\text{SiO}_2)$ were 2, 4 and 6. Drying at a temperature of 80 °C was used for the preparation of inorganic-organic xerogels. The xerogels were characterized by infrared spectroscopy using reflex mode in the spectral range of 4 000 – 700 cm^{-1} . The results show that the mole ratios of $x(\text{TEOS}):x(\text{TriEOS})$ and $x(\text{H}_2\text{O}):x(\text{SiO}_2)$ had the effect mainly on bands of asymmetric and symmetric C-H stretching vibrations, bending C-H vibrations, antisymmetric Si-O-Si stretching vibrations and Si-OH stretching vibrations. The fingerprint region of spectra is situated at 1300 – 700 cm^{-1} and it provides information about the structure of the silica network. Band deconvolution was carried out in this spectral region using seven Gaussian curves. Deconvolution made it possible to detect four- and six-membered siloxane rings, as well as silanol groups in the structure of xerogels. The band of antisymmetric Si-O-Si stretching vibrations at 1200 – 1050 cm^{-1} was decomposed into two transversal optic and two longitudinal optic components – TO and LO modes. The band near 940 cm^{-1} was decomposed into two components associating with Si-OH and Si-O⁻ groups.

Key words: inorganic-organic xerogel; infrared spectroscopy; band deconvolution; structure

Anorganicko-organické materiály patria v súčasnosti medzi intenzívne študované materiály, pretože spájajú anorganické a organické zložky takým spôsobom, že sa organická zložka viaže na anorganickú prostredníctvom siete Si-C [1, 2]. Tieto materiály, nazývané aj hybridné materiály, vykazujú vysokú odolnosť voči opotrebovaniu, takmer dokonalú priľnavosť k substrátu, tepelnú stabilitu, mechanickú pevnosť, vysokú transparentnosť a dobrú spracovateľnosť. Používajú sa pri balení potravín ako antireflexné, antistatické a difúzne vrstvy,

ochranné vrstvy odolné voči opotrebovaniu a korózii, hydrofóbne vrstvy, tiež sa využívajú aj pri výrobe kontaktných šošoviek, výplni zubov, výzdobe kryštálového skla atď. [2 – 4].

Medzi najčastejšie spôsoby prípravy týchto materiálov patrí metóda sól-gél využívajúca ako prekursor rôzne organoalkoxysilány, ktorých organické funkčné skupiny môžu anorganickú sieť modifikovať alebo funkcionlizovať [1, 5]. Riadenie podmienok prípravy (prekursor,

ich koncentrácia, katalýza hydrolýzy, čas starnutia reakčnej zmesi, teplota atď.) umožňuje pripraviť materiály s požadovanými vlastnosťami [6, 7].

Experiment

Na prípravu anorganicko-organických solov sa použil tetraetoxysilán (TEOS, 98 %), trietoxysilán (TriEOS, 97 %), izopropylalkohol (IPA, 99,93 %), kyselina dusičná (HNO₃, 65 %) a destilovaná voda (H₂O).

Každý sól sa pripravil z troch roztokov: RA, RB a RC, ktorých zmiešaním vznikol výsledný sól. Roztok RA – do 40 % z množstva IPA sa po kvapkách za miešania pridal TEOS. Roztok RB – do 40 % z množstva IPA sa po kvapkách za miešania pridal H₂O a HNO₃. Roztok RC – do 20 % z množstva IPA po kvapkách za miešania pridal TriEOS. Rýchlosťou ~1 ml·min⁻¹ sa za miešania pridal roztok RB do roztoku RA a po miešaní 30 min sa pridal roztok RC. Výsledný sól sa miešal 30 min.

Uvedeným postupom sa pripravili 3 skupiny solov s rôznym obsahom TriEOSu a vody v sóle (tab. 1), čo bolo vyjadrené rôznym mólovým pomerom $x(\text{TEOS}):x(\text{TriEOS})$ a $x(\text{H}_2\text{O}):x(\text{SiO}_2)$. Mólový pomer $x(\text{TEOS}):x(\text{TriEOS})$ v sóloch bol 8:0, 7:1, 6:2, 5:3 a 4:4. Vo všetkých výsledných sóloch bol mólový zlomok $x(\text{SiO}_2) = 0,05$.

Tab. 1 Mólové zloženie solov

Tab. 1 Molar composition of the sols

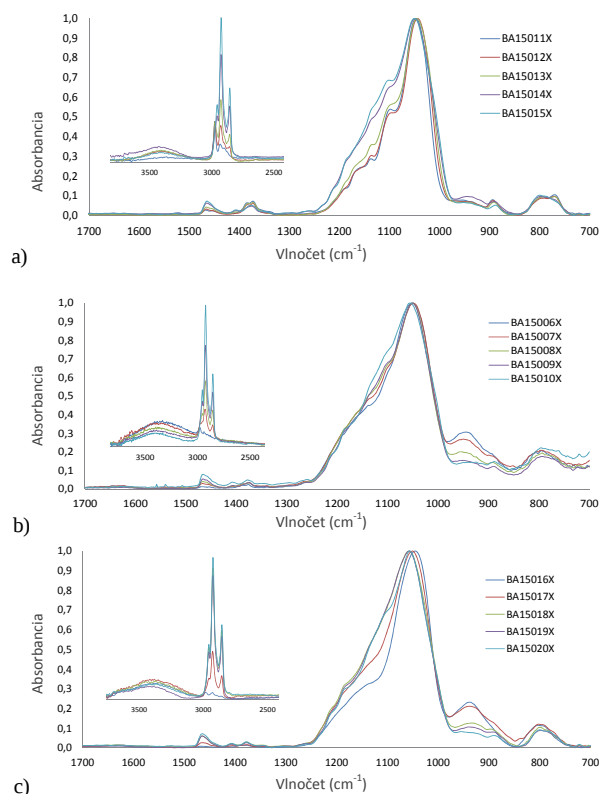
Sól	$x(\text{H}_2\text{O})/x(\text{SiO}_2) = 2$				
	$x(\text{TEOS})$	$x(\text{TriEOS})$	$x(\text{H}_2\text{O})$	$x(\text{HNO}_3)$	$x(\text{IPA})$
BA15011S	0,05	0	0,1	0,005	0,845
BA15012S	0,04375	0,00625			
BA15013S	0,0375	0,0125			
BA15014S	0,03125	0,01875			
BA15015S	0,025	0,025			
Sól	$x(\text{H}_2\text{O})/x(\text{SiO}_2) = 4$				
	$x(\text{TEOS})$	$x(\text{TriEOS})$	$x(\text{H}_2\text{O})$	$x(\text{HNO}_3)$	$x(\text{IPA})$
BA15006S	0,05	0	0,2	0,005	0,745
BA15007S	0,04375	0,00625			
BA15008S	0,0375	0,0125			
BA15009S	0,03125	0,01875			
BA15010S	0,025	0,025			
Sól	$x(\text{H}_2\text{O})/x(\text{SiO}_2) = 6$				
	$x(\text{TEOS})$	$x(\text{TriEOS})$	$x(\text{H}_2\text{O})$	$x(\text{HNO}_3)$	$x(\text{IPA})$
BA15016S	0,05	0	0,3	0,005	0,645
BA15017S	0,04375	0,00625			
BA15018S	0,0375	0,0125			
BA15019S	0,03125	0,01875			
BA15020S	0,025	0,025			

Xerogély sa pripravili 24 hodín po príprave daných solov sušením v tenkej vrstve pri teplote 80 °C do konštantnej hmotnosti. Po sušení sa xerogély uložili do prostredia s RH = 43,2 %.

Spektrá sa merali na infračervenom mikroskope iN10 MX v rozsahu vlnočtov 4 000 – 700 cm⁻¹ reflexnou technikou.

Výsledky a diskusia

Infračervené spektrá vzoriek v nameranej oblasti sú pre jednotlivé mólové pomery $x(\text{H}_2\text{O}):x(\text{SiO}_2)$ uvedené na obr. 1. Spektrá boli normalizované na najintenzívnejší pás pri vlnochte ~1 050 cm⁻¹. Vlnochty a priradenia jednotlivých pásov v sledovanej oblasti sú uvedené v tab. 2.



Obr. 1 Infračervené spektrá xerogélov s mólovým pomerom $x(\text{H}_2\text{O}):x(\text{SiO}_2)$: a) 2, b) 4, c) 6

Fig. 1 Infrared spectra of xerogels with the molar ratio of $x(\text{H}_2\text{O}):x(\text{SiO}_2)$: a) 2, b) 4, c) 6

Tab. 2 Priradenie pásov v infračervených spektrách xerogélov

Tab. 2 Assignment of bands in the infrared spectra of xerogels

Vlnochet (cm ⁻¹)	Priradenie pásov	Literatúra
3 800 – 3 000	$\nu(\text{O-H})$ (H ₂ O a SiO-H)	2, 6, 8, 9
~2 930	$\nu_{\text{AS}}(\text{C-H})$ (-CH ₂)	2, 6, 9, 10
~2 850	$\nu_{\text{S}}(\text{C-H})$ (-CH ₂)	2, 9
~1 630	$\delta(\text{H-O-H})$	2, 8, 9
~1 460	$\delta(\text{C-H})$	9, 11
~1 380, ~1 370	$\delta_{\text{S}}(\text{C-H})$ (-CH ₂ , -CH ₃)	9, 11
~1 200	$\nu_{\text{AS}}(\text{Si-O-Si})$	2, 9
~1 050	$\nu_{\text{AS}}(\text{Si-O-Si})$	2, 6, 9, 10, 8
~940	$\nu(\text{Si-OH}), \nu(\text{Si-O})$	2, 8, 9
~800	$\nu_{\text{S}}(\text{Si-O-Si})$	2, 10

Prítomnosť asymetrických a symetrických valenčných C-H vibrácií pri vlnočte $\sim 2\,930$ a $\sim 2\,850\text{ cm}^{-1}$ je spôsobená značným množstvom $-\text{CH}_2$ skupín v xerogéloch modifikovaných oktylom a intenzita týchto pásov rastie s obsahom TriEOSu v sóle. Je to spôsobené nahradením H v Si-OH skupinách $\equiv\text{Si}$ -oktyl skupinami, ktoré sú odolné voči hydrolyze [6, 9]. Prítomnosť pásov C-H vibrácií súvisí aj so znižovaním intenzity širokého pásu pri vlnočte $\sim 3\,400\text{ cm}^{-1}$, ktorý môže pochádzať z hydroxylových skupín viazaných na kremičitú sieť alebo z vody adsorbovanej na povrchu, s obsahom TriEOSu v sóle [2, 9]. Pás deformačnej vibrácie vody $\delta(\text{H-O-H})$ pri hodnote $\sim 1\,630\text{ cm}^{-1}$ nemá veľkú intenzitu a je závislý len od obsahu vody v sóle, ale len do pomeru $x(\text{TEOS}):x(\text{TriEOS}) = 6:2$. Toto môže vypovedať o tom, že široký pás pri vlnočte $\sim 3\,400\text{ cm}^{-1}$ pochádza väčšinou z nezreagovaných silanolových skupín [8]. Vplyv pomeru $x(\text{H}_2\text{O}):x(\text{SiO}_2)$ sa prejavil najmä pri xerogéloch bez TriEOSu, a to zvýšením intenzity pásu valenčných vibrácií $\nu(\text{O-H})$ a znížením intenzity pásov $\nu_{\text{AS}}(\text{C-H})$ a $\nu_{\text{S}}(\text{C-H})$ vibrácií v oblasti vlnočtov $3\,800 - 2\,700\text{ cm}^{-1}$. Obsah vody v sóle mal vplyv na pásy C-H vibrácií len pri pomere $x(\text{TEOS}):x(\text{TriEOS}) = 7:1$ a $6:2$, pri pomere $5:3$ a $4:4$ (t.j. vyššom obsahu TriEOSu) sa vplyv obsahu vody v sóle v danej oblasti spektra neprejavil.

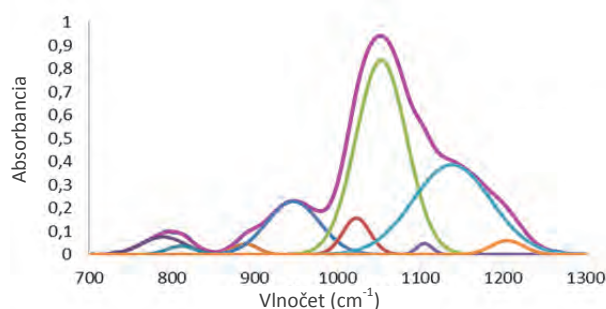
Pridaním a zvyšovaním obsahu TriEOSu v sóle sa maximum pásu asymetrickej valenčnej vibrácie $\nu_{\text{AS}}(\text{Si-O-Si})$ pri vlnočte $1\,050\text{ cm}^{-1}$ mierne posúva k vyššiemu vlnočtu, najmä pri vyšších obsahoch TriEOSu. Najvýraznejší posun k vyššiemu vlnočtu sa prejavuje pri xerogéloch pripravených zo sólu s $x(\text{H}_2\text{O}):x(\text{SiO}_2) = 6$. Posun tohto pásu k vyššiemu vlnočtu sa zaznamenal pre daný obsah TriEOSu aj pri zvyšovaní obsahu vody v sóle. Zistil sa značný rozdiel v tvare, počte aj intenzite pásov (ramien pásu $\nu_{\text{AS}}(\text{Si-O-Si})$) v oblasti vlnočtov $1\,250 - 1\,050\text{ cm}^{-1}$ v závislosti od obsahu TriEOSu aj vody v sóle, najmä pri nižšom obsahu TriEOS a $x(\text{H}_2\text{O}):x(\text{SiO}_2) = 2$ a 6 .

Vplyv obsahu TriEOSu v sóle je významný pri páse $\nu(\text{Si-OH})$, resp. $\nu(\text{Si-O}^-)$ valenčných vibrácií pri vlnočte $\sim 940\text{ cm}^{-1}$. So zvyšujúcim sa obsahom TriEOSu v sóle sa znižuje intenzita tohto pásu, s výnimkou xerogélov pripravených zo sólu s $x(\text{H}_2\text{O}):x(\text{SiO}_2) = 2$, kedy nie je zmena intenzity tak výrazná. Vplyv množstva vody v sóle sa prejavil zvyšovaním intenzity tohto pásu.

Pás pri vlnočte $\sim 890\text{ cm}^{-1}$ môže byť priradený alkoholu, ktorý sa uvoľňuje počas hydrolyzy TEOSu, rovnako ako pásy pri vlnočte $\sim 1\,450$, $1\,380$, $1\,260\text{ cm}^{-1}$ [11]. Pri tomto páse sa vplyv zvyšovania obsahu TriEOSu prejavil zvyšovaním intenzity pre $x(\text{H}_2\text{O}):x(\text{SiO}_2) = 4$ a 6 , ale znižovaním intenzity pre $x(\text{H}_2\text{O}):x(\text{SiO}_2) = 2$. Zvýšenie obsahu vody v sóle pri danom množstve TriEOSu spôsobilo zníženie intenzity tohto pásu. Vplyv obsahu TriEOSu a vody v sóle na pás symetrickej valenčnej

vibrácie $\nu_{\text{S}}(\text{Si-O-Si})$ pri vlnočte $\sim 800\text{ cm}^{-1}$ sa nezistil. V spektre xerogélov pripravených zo sólu s pomerom $x(\text{H}_2\text{O}):x(\text{SiO}_2) = 2$ sa objavuje pás pri vlnočte $\sim 770\text{ cm}^{-1}$, ktorý pri pomere 4 a 6 v spektre nie je a ktorý sa so zvyšovaním obsahu TriEOSu takmer stratí.

V rozsahu vlnočtov $1\,300 - 700\text{ cm}^{-1}$ sa nachádza oblasť spektra charakteristická pre kremičité materiály z hľadiska ich štruktúry. Preto sa infračervené spektrá v tomto rozsahu podrobili separácii pásov za použitia programu PeakFit 4.12. Pri separácii sa využil predpoklad, že jednotlivé pásy majú tvar Gaussových kriviek. Na základe [12] sa pás asymetrickej valenčnej vibrácie $\nu_{\text{AS}}(\text{Si-O-Si})$ rozložil na štyri krivky – dve s maximom pri vlnočte $\sim 1\,140$ a $\sim 1\,050\text{ cm}^{-1}$, ktoré zodpovedajú LO a TO módom štvorčlánkových kruhových jednotiek $((\text{SiO})_4)$, a dve krivky s maximom pri vlnočte $\sim 1\,200$ a $\sim 1\,100\text{ cm}^{-1}$, ktoré zodpovedajú LO a TO módom šesťčlánkových kruhových jednotiek $((\text{SiO})_6)$ v štruktúre kremičitej siete. Pás v blízkosti vlnočtu $\sim 940\text{ cm}^{-1}$ sa rozložil na dve krivky s maximami pri hodnote ~ 950 a $\sim 890\text{ cm}^{-1}$, ktoré sa priradili Si-OH a Si-O⁻ valenčným vibráciám. Kvôli lepšiemu rozloženiu spektra sa použila aj siedma Gaussova krivka pre pás v blízkosti hodnoty 800 cm^{-1} , ktorý sa ďalej nevyhodnocoval. Separácia pásov vybranej vzorky je znázornená na obr. 2.



Obr. 2 Separácia pásov v infračervenom spektre xerogélu BA15006X
Fig. 2 Deconvolution of the infrared spectra of the BA15006X xerogel

Výsledky separácie – vlnočet v maxime pásu a integrovaná intenzita pásu – sú pre jednotlivé xerogély a módy zhrnuté v tab. 3 (okrem siedmej Gaussovej krivky). Posun LO módu ku nižším vlnočtom so zvyšovaním obsahu TriEOSu v sóle sa spravidla týka deformácie siete, aby sa organické skupiny mohli uložiť vnútri anorganickej kremičitej matrice [2].

Z hodnôt integrovaných intenzít zistených zo separácie pásov sa vypočítali [12, 13] pomery jednotlivých štruktúrnych jednotiek $(\text{SiO})_4$ a $(\text{SiO})_6$ a jednotlivých skupín Si-OH a Si-O⁻ k celkovej kremičitej sieti (Si_c) – obr. 3 a obr. 4. Podiel $(\text{SiO})_4$ a $(\text{SiO})_6$ jednotiek sa získal spočítaním integrovaných intenzít LO a TO módu jednotlivých štruktúrnych jednotiek.

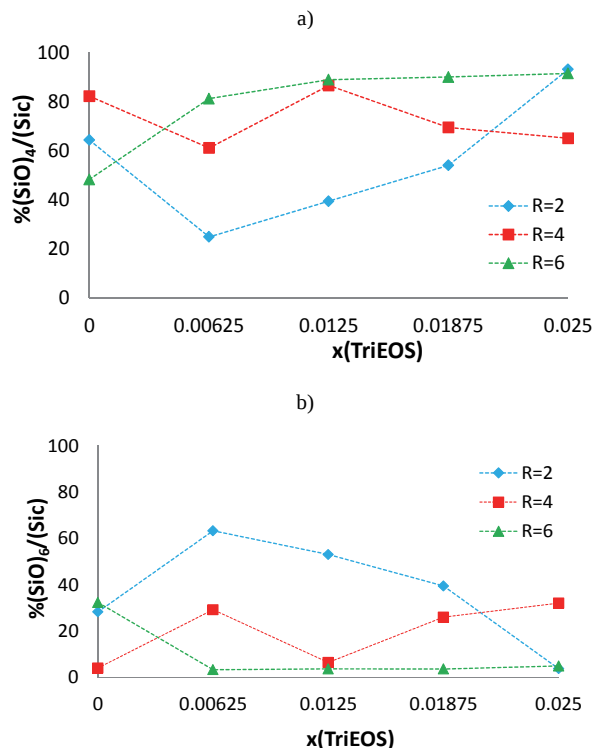
Tab. 3 Priradenie pásov po separácii infračervených spektier
Tab. 3 Assignment of bands after deconvolution of the infrared spectra

R = 2		BA15011X	BA15012X	BA15013X	BA15014X	BA15015X
LO	$\tilde{\nu}$	1 180	1 171	1 154	1 160	1 186
(SiO) ₆	A	8,2	10,6	18,7	22,6	2,6
LO	$\tilde{\nu}$	1 140	1 139	1 138	1 138	1 114
(SiO) ₄	A	4,6	1,4	0,6	1,8	47,2
TO	$\tilde{\nu}$	1 104	1 098	1 097	1 105	1 103
(SiO) ₆	A	17,6	26,1	20,5	13,3	0,9
TO	$\tilde{\nu}$	1 048	1 058	1 053	1 049	1 045
(SiO) ₄	A	53,8	13,1	28,6	47,4	37,2
Si-OH	$\tilde{\nu}$	956	955	952	942	945
	A	5,4	5,8	4,7	4,7	2,3
Si-O ⁻	$\tilde{\nu}$	891	891	890	886	888
	A	1,2	1,0	0,8	1,2	0,4
R = 4		BA15006X	BA15007X	BA15008X	BA15009X	BA15010X
LO	$\tilde{\nu}$	1 204	1 179	1 194	1 169	1 185
(SiO) ₆	A	3,0	15,3	5,2	19,7	1,7
LO	$\tilde{\nu}$	1 139	1 144	1 121	1 131	1 141
(SiO) ₄	A	29,1	5,8	40,1	6,7	24,9
TO	$\tilde{\nu}$	1 105	1 107	1 102	1 104	1 094
(SiO) ₆	A	0,8	13,0	1,0	5,3	27,5
TO	$\tilde{\nu}$	1 053	1 048	1 046	1 051	1 046
(SiO) ₄	A	47,0	53,2	42,6	59,8	34,1
Si-OH	$\tilde{\nu}$	946	950	947	940	939
	A	11,8	6,1	5,9	3,1	1,5
Si-O ⁻	$\tilde{\nu}$	891	903	889	892	801
	A	0,8	3,2	0,7	1,2	1,1
R = 6		BA15016X	BA15017X	BA15018X	BA15019X	BA15020X
LO	$\tilde{\nu}$	1 206	1 219	1 214	1 213	1 214
(SiO) ₆	A	2,2	0,9	1,8	1,3	0,9
LO	$\tilde{\nu}$	1 083	1 131	1 107	1 106	1 095
(SiO) ₄	A	8,5	32,5	52,8	54,9	63,8
TO	$\tilde{\nu}$	1 135	1 192	1 184	1 185	1 188
(SiO) ₆	A	26,6	2,0	1,7	1,6	3,6
TO	$\tilde{\nu}$	1 035	1 056	1 049	1 046	1 050
(SiO) ₄	A	34,5	36,6	31,0	15,9	17,4
Si-OH	$\tilde{\nu}$	940	939	936	929	927
	A	13,9	11,5	5,2	3,3	1,8
Si-O ⁻	$\tilde{\nu}$	890	881	886	886	887
	A	3,2	1,6	1,7	1,6	1,3

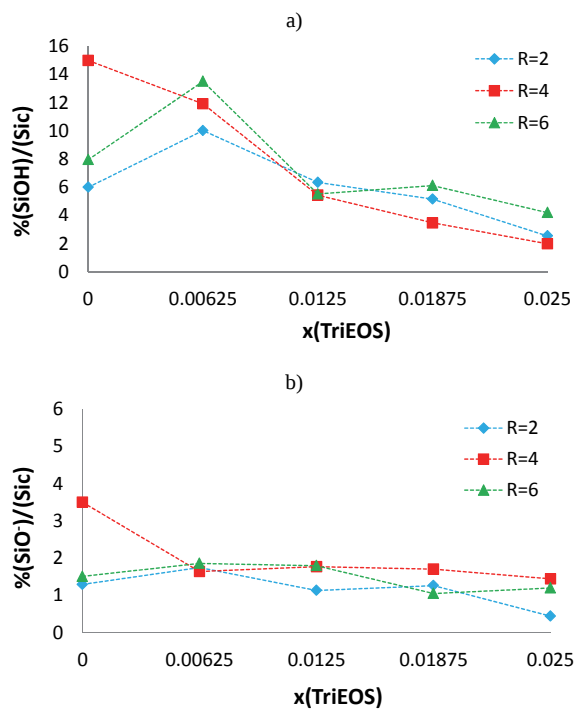
$\tilde{\nu}$ – vlnčet (cm⁻¹), A – integrovaná intenzita (%), $R = x(\text{H}_2\text{O})/x(\text{SiO}_2)$

Zo závislosti na obr. 3 je vidieť, že vplyv na (SiO)₄ a (SiO)₆ štruktúrne jednotky má nielen obsah TriEOSu, ale aj vody v sóle. Množstvo (SiO)₄ jednotiek je vyššie pre xerogély pripravené zo sólov s pomerom $x(\text{H}_2\text{O})/x(\text{SiO}_2) = 4$ a 6, pre pomer 2 majú dva xerogély s najnižšími prídavkami TriEOSu vyšší obsah (SiO)₆ jednotiek. Výrazný rozdiel je v priebehu závislosti pomeru (SiO)₄ a (SiO)₆ jednotiek k celkovej kremičitej sieti od obsahu TriEOS pre xerogély pripravené zo sólov s najnižším a najvyšším obsahom vody. Po pridaní TriEOSu do systému s $x(\text{H}_2\text{O})/x(\text{SiO}_2) = 2$ sa značne zníži podiel (SiO)₄ jednotiek a zvýši podiel (SiO)₆ jednotiek, zatiaľ čo pri pomere 6 je to naopak. Ďalšie zvyšovanie TriEOSu spôsobí pri pomere 2 už len zväčšovanie podielu (SiO)₄ a znižovanie podielu (SiO)₆ jednotiek. Pri pomere 6 však zvyšovanie obsahu TriEOS

v sóle nespôsobí výraznú zmenu podielu daných štruktúrnych jednotiek.



Obr. 3 Závislosť pomeru: a) (SiO)₄ a b) (SiO)₆ jednotiek k celkovej kremičitej sieti od obsahu TriEOS v sóle; $R = x(\text{H}_2\text{O})/x(\text{SiO}_2)$
Fig. 3 Dependence of the ratio of: a) (SiO)₄ and b) (SiO)₆ to the total silica network as function of the TriEOS content in the sol; $R = x(\text{H}_2\text{O})/x(\text{SiO}_2)$



Obr. 4 Závislosť pomeru: a) Si-OH a b) Si-O⁻ skupín k celkovej kremičitej sieti od obsahu TriEOS v sóle; $R = x(\text{H}_2\text{O})/x(\text{SiO}_2)$
Fig. 4 Dependence of the ratio of: a) (SiO)₄ and b) (SiO)₆ to the total silica network as function of the TriEOS content in the sol; $R = x(\text{H}_2\text{O})/x(\text{SiO}_2)$

Vo všetkých xerogéloch sa nachádza väčší podiel Si-OH skupín než Si-O⁻ skupín. Aj keď závislosť pomeru Si-OH a Si-O⁻ skupín k celkovej kremičitej sieti od obsahu TriEOS je podobná, pri zvyšovaní obsahu TriEOSu v sóle sú zmeny v množstve týchto skupín výraznejšie pre Si-OH skupiny. Pridávaním TriEOSu spôsobuje zníženie množstva daných skupín. Vplyv obsahu vody v sóle na množstvo Si-OH a Si-O⁻ skupín je výraznejší najmä pre xerogél bez TriEOSu. Najnižší a najvyšší obsah vody v sóle spôsobí zníženie množstva daných skupín.

Záver

Infračervená spektroskopie sa využila na sledovanie vplyvu zloženia sólu na štruktúru anorganicko-organických xerogélov pripravených zo systému tetraetoxysilán – trietoxysilán – voda – kyselina dusičná – izopropanol. Zo separácie spektra v oblasti „odtlaku prsta“ sa získali charakteristiky štruktúry kremičitých materiálov. Už malý prídavok oktyltriethoxysilánu má vplyv na podiel štvor a šesťčlánkových štruktúrnych jednotiek a Si-OH a Si-O⁻ skupín v kremičitej sieti, ako aj LO a TO módy asymetrickej valenčnej Si-O-Si vibrácie. Vplyv obsahu vody v sóle sa na sledovaných charakteristikách prejavil najmä pri jej najnižšom a najvyššom množstve, čo súvisí s priebehom hydrolytických a následných reakcií v sóle.

Literatúra

- [1] KICKELBICK, G. (Ed.) *Hybrid Materials : Synthesis, Characterization and Applications*. Weinheim: Wiley, 2007. ISBN 978-3-527-31299-3.

- [2] CAPELETTI, L.B. et al. Infrared and Raman spectroscopic characterization of some organic substituted hybrid silicas. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 133 (2014), 619–625.
- [3] SANCHEZ, C. et al. Applications of hybrid organic-inorganic nanocomposites, *Journal of Materials Chemistry*, 15 (2005), 3559–3592.
- [4] KANG, D.J. et al. Fabrication and characterization of photocurable inorganic-organic hybrid materials using organically modified colloidal-silica nanoparticles and acryl resin. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 355 (2009) 7, 397–402.
- [5] MORI, H. Design and Synthesis of Functional Silsesquioxane-Based Hybrids by Hydrolytic Condensation of Bulky Triethoxysilanes, *International Journal of Polymer Science*, Article ID 173624 (2012), 1–17, doi:10.1155[2012]173624.
- [6] PARALE, V.G. et al. OTES modified transparent dip coated silica coatings. *Ceramics International*, 39 (2013) 1, 835–840.
- [7] DE FERRI, L. et al. Hybrid sol-gel based coatings for the protection of historical window glass. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 66 (2013) 2, 253–263.
- [8] FIDALGO, A., ILHARCO, L.M. Thickness, morphology and structure of sol-gel hybrid films I. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 26 (2003) 1-3, 363–367.
- [9] AL-OWEINI, R., EL-RASSY, H. Synthesis and characterization by FTIR spectroscopy of silica aerogels prepared using several Si(OR)₄ and R⁺Si(OR')₃precursors. *Journal of Molecular Structure*, 919 (2009) 1, 140–145.
- [10] DIAS, V.M. et. al. Silica-Based Nanocoating Doped by Layered Double Hydroxides to Enhance the Paperboard Barrier Properties. *World Journal of Nano Science and Engineering*, 5 (2015), 126–139.
- [11] NIZNANSKY, D., REHSRINGER, J.L. Infrared study of SiO₂ sol to gel evolution and gel aging. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 180 (1995) 2–3, 191–196.
- [12] FIDALGO, A., ILHARCO, L.M. The defect structure of sol-gel-derived silica/polytetrahydrofuran hybrid films by FTIR. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 283 (2001) 1-3, 144–367.
- [13] PAGÁČOVÁ, J. a kol. Štúdium vplyvu podmienok prípravy na štruktúru porézneho SiO₂ FTIR spektroskopiou. *Chemické listy*, 101 (2007) 8, 673–679.

Fúze slepice s prasetem

Der Spiegel

10.09.2016

Oslovíte-li v těchto dnech šéfa koncernu Salzgitter Heinze Jörga Fuhrmanna s otázkou na plány a možnosti fúzí a převzetí v ocelářském průmyslu, vypráví tento vtíp: Potkají se prase a slepice. Slepice se ptá prasete: „Nezaložíme joint-venture?“ Prase se zeptá: „A jaká je přitom obchodní myšlenka?“ Slepice odpoví: „Hamandeggs“. Prase chvíli přemýšlí a říká: „Ale pak budu přece mrtvé“. Slepice odpovídá: „Ale tak to přece při takových slučováním chodí. Jeden vždycky zemře“. Sebevědomý a zkušený šéf koncernu Salzgitter nepůsobí v současných vírech odvětví jen uklidňujícím způsobem na vlastní mužstvo. Svým jasným stanoviskem, že nechce být prasetem z vyprávěného vtípu, může mít i vliv na celý evropský ocelářský trh. Přivádí tím do nesnázi i jednoho z největších velikánů odvětví, jímž je šéf Thyssenkrupp AG Heinrich Hiesinger. Ten přejímá ve vtípu roli slepice. Jenže fúze Thyssenkrupp a Salzgitter, jak se zdá, nepřichází v úvahu. Protože ale Thyssenkrupp musí nedobrou situaci své ocelářské divize rychle řešit, vyhlédl si jiného partnera, indický ocelářský koncern Tata Steel, jehož evropskou ocelářskou divizi by rád sloučil s vlastní a vytvořil tak optimální celek s moderními vysokými pecemi Tata Steel v Holandsku a ukázkovými provozů Thyssenkrupp v Duisburgu v Německu. Vytvořil by se podnik, který by mohl lépe soutěžit se svými konkurenty, jako VoestAlpine, Ilva a ArcelorMittal.