



ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΙΩΑΝΝΙΝΩΝ  
ΑΝΟΙΚΤΑ ΑΚΑΔΗΜΑΪΚΑ ΜΑΘΗΜΑΤΑ



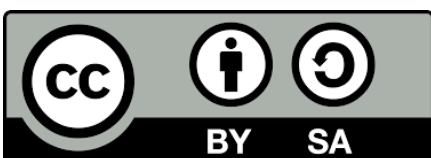
---

**Τίτλος Μαθήματος:** Εργαστήριο Υλικών ΙΙ (Κεραμικά & Σύνθετα Υλικά)  
**Ενότητα:** Μοριακοί Ηθμοί

**Διδάσκοντες:** Αναπλ. Καθ. Σ. Αγαθόπουλος, Καθ. Δ. Γουρνής, Καθ. Μ. Καρακασίδης

**Τμήμα:** Μηχανικών Επιστήμης Υλικών

---



Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

# ΑΣΚΗΣΗ-2- ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

## 1. ΣΚΟΠΟΣ

Σκοπός της άσκησης είναι η κατανόηση της μεθόδου μοριακών εκμαγείων για την σύνθεση πορωδών υλικών. Επιλέγεται η παρασκευή ενός μεσοπορώδους υλικού τύπου MCM-41. Η μελέτη της δομής του προϊόντος θα γίνει με περίθλαση ακτίνων-X και φασματοσκοπία υπερύθρου.

## 2. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ-ΣΥΣΚΕΥΕΣ-ΣΚΕΥΗ

- Τετραμεθόξυ αλκοξειδίο του πυριτίου (TMOS)
- Μεθανόλη
- Χλωριούχο τριμέθυλο-δεκαεξίλο-αμμώνιο ( $C_{16}H_{33}(CH_3)_3N^+Cl^-$ )
- Καυστικό νάτριο (NaOH)
- Απεσταγμένο νερό
- Πλαστικές πιπέτες Παστέρ
- Ποτήρια ζέσης 50, 100 και 250 ml
- Σιφόνια
- Ύαλος Ωρολογίου
- Χωνευτήρια πορσελάνης

## 3. ΟΡΓΑΝΑ

- Φούρνος Υψηλών Θερμοκρασιών (~1750 °C) Naber.
- Περίθλασίμετρο ακτίνων-X LEYBOLD 554811
- Φασματόμετρο Υπερύθρου SHIMADZU 8400

## 4. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΠΟΡΕΙΑ

➤ *Σύνθεση μεσοπορώδους MCM-41*

Σε ποτήρι ζέσης 250 ml που περιέχει 65.7g απεσταγμένου ύδατος και 12.5g μεθανόλης προστίθενται 3.6 g υδατικού διαλύματος τασιενεργού άλατος  $C_{16}H_{33}(CH_3)_3N^+Cl^-$  (M.B. 320) 50% και 9-10 σταγόνες υδατικού διαλύματος NaOH 25% κ.β. μέχρι το pH να φθάσει στο 12.5. Σε ξεχωριστό ποτήρι ζέσης που περιέχει 10g μεθανόλης προσθέτουμε 6.5g TMOS (M.B 152) και αναδεύουμε για 2-3 λεπτά. Εν συνεχεία ακολουθεί προσθήκη του διαλύματος του μονομερούς στο αλκαλικό

διάλυμα του τασιενεργού άλατος. Εντός χρόνου λίγων δευτερολέπτων εμφανίζεται το λευκό στερεό MCM-41. Το στερεό φυγοκεντρείται και εκπλένεται επαναλαμβανόμενα με απιονισμένο νερό (3-4 φορές). Το στερεό διασπείρεται σε λίγο νερό και απλώνεται με την βοήθεια πλαστικής πιπέτας Παστέρ σε ύαλο ωρολογίου. Η ύαλος ωρολογίου με το υλικό τοποθετείται στο πυριαντήριο στους 80°C έως ότου στεγνώσει (Δείγμα: **MCM-41**). Ένα μέρος του MCM-41 τοποθετείται σε χωνευτήρι πορσελάνης και θερμαίνεται σε φούρνο στους 500°C (Δείγμα: **MCM-41-500**).

➤ *Μετρήσεις Περίθλασης Ακτίνων-X σκόνης*

Μέτρηση των διαγραμμάτων περίθλασης ακτίνων-X των δειγμάτων: MCM-41 και MCM-41-500. Η συλλογή των διαγραμμάτων να γίνει για γωνίες  $\Theta$  από 1 έως 15° και να επιλεγεί ο κατάλληλος χρόνος μέτρησης ανά γωνιακή θέση (**Σημειώσεις του Εργ. Υλικών – Ακτίνες-X**).

➤ *Μετρήσεις Φασματοσκοπίας Μέσου Υπερύθρου*

Μέτρηση του φάσματος μέσου υπερύθρου των δειγμάτων: MCM-41 και MCM-41-500 με την μέθοδο KBr όπως αυτή περιγράφεται στις **Σημειώσεις του Εργ. Υλικών Ι (Άσκηση 2)**.

## 5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΙ-ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

- Περιγραφή της πειραματικής πορείας σύνθεσης του MCM-41
- Ανάλυση διαγραμμάτων περίθλασης ακτίνων-X σκόνης και προσδιορισμός της απόστασης των κρυσταλλογραφικών επιπέδων για κάθε μία από τις κορυφές. Σύγκριση διαγραμμάτων MCM-41 και MCM-41-500 (παράθεση στην ίδια γραφική παράσταση). Εύρεση της απόστασης ( $d_{100}(\text{Å})$ ) των πλεγματικών επιπέδων (100) καθώς και της πλεγματικής παραμέτρου  $a_0$  της κυψελίδας. Να υπολογιστεί επίσης το πάχος  $\pi$  του ανόργανου πλέγματος του MCM-41 γνωρίζοντας ότι για το υλικό ισχύει η ισόθερμη προσρόφησης  $N_2$  του Σχήματος 8.
- Ανάλυση φασμάτων μέσω υπερύθρου MCM-41 και MCM-41-500 με ερμηνεία (απόδοση) των κορυφών. Σύγκριση φασμάτων.
- Συζήτηση-Παρατηρήσεις-Σχόλια.

## 6. ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. Μ.Α.Καρακασίδης και Δ. Γουρνής. «Σημειώσεις για το μάθημα Εισαγωγή στην Επιστήμη Υλικών». Ιωάννινα 2000.
  2. Σημειώσεις Εργαστηρίου Υλικών Ι., Ιωάννινα 2001.  
Άσκηση Νο 1. Μ. Καρακασίδης, Ι. Κούτσελας και Γ. Πιστόλης. «Ανάλυση δομής κεραμικών και πολυμερών με φασματοσκοπία μέσου υπερύθρου».  
Άσκησης Νο 8-10. Δ.Αναγνωστόπουλος . «Ακτίνες-Χ».
-

**Ανοικτά Ακαδημαϊκά Μαθήματα  
Πανεπιστήμιο Ιωαννίνων**

**Τέλος Ενότητας**

# Χρηματοδότηση

- Το παρόν εκπαιδευτικό υλικό έχει αναπτυχθεί στα πλαίσια του εκπαιδευτικού έργου του διδάσκοντα.
- Το έργο «**Ανοικτά Ακαδημαϊκά Μαθήματα στο Πανεπιστήμιο Ιωαννίνων**» έχει χρηματοδοτήσει μόνο τη αναδιαμόρφωση του εκπαιδευτικού υλικού.
- Το έργο υλοποιείται στο πλαίσιο του Επιχειρησιακού Προγράμματος «Εκπαίδευση και Δια Βίου Μάθηση» και συγχρηματοδοτείται από την Ευρωπαϊκή Ένωση (Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο) και από εθνικούς πόρους.



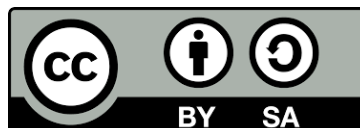
## Σημειώματα

### Σημείωμα Αναφοράς

Copyright Πανεπιστήμιο Ιωαννίνων, Διδάσκοντες: Αναπλ. Καθ. Σ. Αγαθόπουλος, Καθ. Δ. Γουρνής, Καθ. Μ. Καρακασίδης. «Εργαστήριο Υλικών ΙΙ (Κεραμικά & Σύνθετα Υλικά). Μοριακοί Ηθμοί». Έκδοση: 1.0. Ιωάννινα 2014. Διαθέσιμο από τη δικτυακή διεύθυνση: <http://ecourse.uoi.gr/course/view.php?id=1234>.

### Σημείωμα Αδειοδότησης

- Το παρόν υλικό διατίθεται με τους όρους της άδειας χρήσης Creative Commons Αναφορά Δημιουργού - Παρόμοια Διανομή, Διεθνής Έκδοση 4.0 [1] ή μεταγενέστερη.



[1] <https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/>.